

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-259083

(43) 公開日 平成10年(1998)9月29日

(51) Int.Cl.⁶
C 0 5 G 3/00
C 0 8 L 67/04

識別記号
103

F I
C 0 5 G 3/00
C 0 8 L 67/04

103

審査請求 未請求 請求項の数 8 O.L. (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願平9-62905

(22) 出願日 平成9年(1997)3月17日

(71) 出願人 000002886
大日本インキ化学工業株式会社
東京都板橋区坂下3丁目35番58号
(72) 発明者 柿澤 保利
千葉県千葉市稲毛区園生町818-3-404
(74) 代理人 弁理士 高橋 勝利

(54) 【発明の名称】 緩効性カプセル肥料の製造法

(57) 【要約】

【課題】 本発明が解決しようとする課題は、肥料の放出量及び放出期間の制御が可能で充分な量の肥料を一度に施肥することができ、しかも肥料被覆材が分解して環境中に残留することがなく、その被覆材による発芽・発育阻害がなく、容易にカプセル化できる生分解性緩効性カプセル肥料、及びその製造法を提供することにある。

【解決手段】 生分解性ポリマーから成るチューブに、1本以上の分解性の紐を通し、次いでチューブ内に肥料を充填後、任意の間隔でチューブを切断、融着することを特徴とする緩効性カプセル肥料の製造法、及び該製造法により製造された、生分解性ポリマーから成るチューブに、1本以上の分解性の紐を通した緩効性カプセル肥料。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 生分解性ポリマーから成るチューブに、1本以上の分解性の紐を通し、次いでチューブ内に肥料を充填後、任意の間隔でチューブを切断、融着することを特徴とする緩効性カプセル肥料の製造法。

【請求項2】 生分解性ポリマーが、乳酸系ポリマーであることを特徴とする請求項1に記載の緩効性カプセル肥料の製造法。

【請求項3】 乳酸系ポリマーが、触媒を失活処理させた乳酸系ポリマーであることを特徴とする請求項2に記載の緩効性カプセル肥料の製造法。

【請求項4】 乳酸系ポリマーが、乳酸成分、ジカルボン酸成分、ジオール成分を必須成分とする特徴とする請求項2又は3に記載の緩効性カプセル肥料の製造法。

【請求項5】 生分解性ポリマーに無機物及び／または有機物を含有させることを特徴とする請求項1～4のいずれか1つに記載の緩効性カプセル肥料の製造方法。

【請求項6】 分解性の紐が、セルロース、レーヨン、木綿、又はポリビニルアルコールから成ることを特徴とする請求項1～4のいずれか1つに記載の緩効性カプセル肥料の製造法。

【請求項7】 肥料が、溶融状、スラリー状或いは液状であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1つに記載の緩効性カプセル肥料の製造法。

【請求項8】 請求項1～7のいずれか1つに記載の製造法により製造された、生分解性ポリマーから成るチューブに、1本以上の分解性の紐を通した緩効性カプセル肥料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は肥料と生分解性ポリマーのフィルムからなる緩効性カプセル肥料の製造法に関するものである。本発明の緩効性カプセル肥料は、成形が容易で、溶出制御に優れ、植物の根焼けを起こすことがない。また、本発明の緩効性カプセル肥料は徐々に肥料を放出し、生分解性ポリマーは分解され、消失される。また生分解性ポリマーとして乳酸系ポリマーを使用したときには、生分解によって発生する有機酸の作用によって、雑菌の繁殖も抑制する優れた効果を有する。

【0002】

【従来の技術】 従来から農地に施肥を行う方法として、播種時に散布、埋設することが行われ、更に必要に応じ追肥が行われる。特に、尿素、硫酸アンモニウム、硝酸アンモニウム、塩化アンモニウム、塩化カリウム、リン酸アンモニウム、リン酸カルシウム、リン酸カリウム、硫酸カリウム等の水溶性の肥料の場合、散水、雨水等によって、肥料が流出する為、追肥の必要性が高い。また、比較的長期間に栽培を行う場合、一度に多量の施肥を行うことができないために、播種時の肥料のみでは不

足し追肥を必要とする。

【0003】 その改良として、スチレン等の熱可塑性ポリマーの水性エマルジョンとメラミン樹脂とを主成分とする材料で被覆された緩効性肥料（特公平3-46430）、エチレン・酢酸ビニル・一酸化炭素共重合体とポリオレフィンとの複合材で被覆された緩効性肥料（特公平2-23515号公報）、もしくはエチレン・一酸化炭素共重合体で被覆された緩効性肥料（特公平2-23516号公報）、ポリ（3-ヒドロキシアルカノエート）で被覆された緩効性肥料（特公平2-23517号公報）、ポリアルキレンカルボキシレートで被覆された緩効性肥料（特開平8-157290号公報）等が知られている。

【0004】 スチレン等の熱可塑性ポリマーの水性エマルジョンとメラミン樹脂とを主成分とする材料で被覆された緩効性肥料は安価で、一般に広く販売されている。これらは播種後、散布された水や湿度によって肥料部分は徐々に膨潤崩壊するが、被覆部分は分解性がなく、安定のために環境中に長く残留する欠点を有する。またエチレン・酢酸ビニル・一酸化炭素共重合体とポリオレフィンとの複合材で被覆された緩効性肥料、もしくはエチレン・一酸化炭素共重合体で被覆された緩効性肥料でも同様の欠点を有する。

【0005】 ポリ（3-ヒドロキシアルカノエート）或いはポリアルキレンカルボキシレートで被覆された緩効性肥料では、播種後、散布された水や湿度によって肥料部分は徐々に溶解徐放され、被覆部分は微生物等により生分解され、環境中にポリマーも残留しない利点を有する。

【0006】 一方、これらの緩効性肥料は、いずれも、粒状肥料に被覆材料を溶剤等により液状化した溶液を噴霧し、被覆後、熱風流により乾燥し、製造されている。しかしながら、このような被覆方法では被膜の均一性に欠け、肥料の安定した放出制御効果が得られず、また、製造プロセスも被覆材料が被覆装置に付着したり、生産性に劣る欠点を有する。

【0007】 また、ポリ（3-ヒドロキシアルカノエート）或いはポリアルキレンカルボキシレートなどのポリマーはクロロホルム、ジクロロエタン等の溶剤にしか溶解しないため、製造する上で環境上の問題がある。その他に、生分解を受けるポリマーとして上市されている一つとして、ポリエチレンに澱粉をブレンドしたものが、廉価で広く知られている。しかしながら、このようなブレンド樹脂は、澱粉等の微生物によって分解する部分が消失した後に、残存した非生分解性部分が、環境中に残存する問題点を有している。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明が解決しようとする課題は、肥料の放出量及び放出期間の制御が可能で充分な量の肥料を一度に施肥することができ、しかも肥

料被覆材が分解して環境中に残留することがなく、その被覆材による発芽・発育阻害がなく、容易にカプセル化できる生分解性緩効性カプセル肥料、及びその製造法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは鋭意検討した結果、生分解性ポリマーをチューブ状に成形後、その中に、肥料の溶出口となる分解性の紐を挿入し、次いで肥料を充填後、融着、切断することにより、得られたカプセルの溶出口となる溶出紐が分解性を有することから、肥料の放出時間を制御でき、更に播種後にカプセルは分解、消失して環境中に悪影響を与えないばかりか、肥料の溶出口となる溶出紐の太さ、本数や材質などにより、また、厚みの異なる生分解性ポリマーから成るチューブ製カプセルを用いることにより、肥料の放出性をきめ細かく制御できること、さらに乳酸系ポリマーを使用したときには分解により生じる有機酸により雑菌の繁殖を抑制できることを見い出して、本発明を完成するに至った。

【0010】即ち、本発明は、(1) 生分解性ポリマーから成るチューブに、1本以上の分解性の紐を通し、次いでチューブ内に肥料を充填後、任意の間隔でチューブを切断、融着することを特徴とする緩効性カプセル肥料の製造法、

【0011】(2) 生分解性ポリマーが、乳酸系ポリマーであることを特徴とする(1)に記載の緩効性カプセル肥料の製造法、(3) 乳酸系ポリマーが、触媒を失活処理させた乳酸系ポリマーであることを特徴とする(2)に記載の緩効性カプセル肥料の製造法、

【0012】(4) 乳酸系ポリマーが、乳酸成分、ジカルボン酸成分、ジオール成分を必須成分とすることを特徴とする(2)又は(3)に記載の緩効性カプセル肥料の製造法、(5) 生分解性ポリマーに無機物及び/または有機物を含有させることを特徴とする(1)～(4)のいずれか1つに記載の緩効性カプセル肥料の製造方法、

【0013】(6) 分解性の紐が、セルロース、レーヨン、木綿、又はポリビニルアルコールから成ることを特徴とする(1)～(4)のいずれか1つに記載の緩効性カプセル肥料の製造法、(7) 肥料が、溶融状、スラリー状或いは液状であることを特徴とする(1)～(4)のいずれか1つに記載の緩効性カプセル肥料の製造法、及び、

【0014】(8) 上記の(1)～(7)のいずれか1つに記載の製造法により製造された、生分解性ポリマーから成るチューブに、1本以上の分解性の紐を通した緩効性カプセル肥料である。

【0015】

【発明の実施の形態】以下に本発明を詳細に説明する。本発明で使用される生分解性ポリマーとしては、特に限

定されるものでないが、脂肪族ポリエステル、澱粉系天然高分子、キトサン系天然高分子等、生分解性プラスチックハンドブック(生分解性プラスチック研究会編1995年5月26日発行)の28頁に記載されているポリマーや、脂肪族ポリエステルアミド、酢酸セルロース等が挙げられ、その幾つかは既に上市されている。このようなポリマーは、一般に生分解性を持つことが知られ、好気性条件下では炭酸ガスや水に、嫌気性条件下ではメタンに完全に分解される。

10 【0016】とりわけ、脂肪族ポリエステルの中で、ジカルボン酸成分とジオール成分から合成されるポリエステルや、乳酸成分を主体として合成される乳酸系ポリマーは、いずれも水溶性が低く、水に溶けて溶出したり、内包された肥料を不用意に漏出させることなく、しかも、乳酸系ポリマーでは分解過程で発生する乳酸の作用によって、目的としない雑菌等の繁殖を抑制する効果を有する。

【0017】脂肪族ポリエステルの中で、微生物産生のポリエステルは、微生物による分解性に優れるが、製造

20 工程中で微生物の破片等がポリマー中に混入するため、薄肉のフィルムを作製することが難しく、また、澱粉系高分子で澱粉にポリビニルアルコールをブレンドしたものは、生分解性は比較的良好であるが、耐水性に劣るため、使用に制限を受ける。

【0018】本発明に用いられるジカルボン酸成分とジオール成分から合成される脂肪族ポリエステルの製造方法としては、ジカルボン酸成分とジオール成分とをエステル化触媒の存在下、減圧条件で、脱水、脱グリコールを行い、重縮合させる方法、特開平7-172425号公報に開示されているようなジカルボン酸成分とジオール成分とを触媒の存在下、脱水剤の使用条件、減圧条件で、脱水、脱グリコールを行い、重縮合させる方法等により製造することができる。脂肪族ポリエステルの種類は特に問わないが、良好な成形性を得るために、重量平均分子量は3,000～400,000で、融点50～130℃であるものが適している。

【0019】次に本発明に用いられる乳酸系ポリマーについて説明する。本発明に用いられる乳酸系ポリマーの種類は特に問わないが、良好な成形性を得るために、重量平均分子量は3,000～400,000で、融点50～200℃であるものが適している。短期間の放出効果を得るには、分子量は3,000～30,000で、融点50℃～160℃であるものが適している。長期間の放出効果を得るためには、分子量は30,000～400,000で、融点100～200℃であるものが適している。

【0020】本発明で言う乳酸系ポリマーとは、乳酸成分を乳酸系ポリマー中に30重量%以上含有するものを意味する。具体的には乳酸系ポリマーは、乳酸成分の単独重合体、乳酸成分と他のモノマー成分及びポリマー成

分との共重合体、乳酸系ポリマーと生分解性ポリマーや澱粉等とのブレンド物を指す。乳酸成分と他のモノマー成分およびポリマー成分との共重合体の具体例としては、乳酸成分と、ヒドロキシカルボン酸成分、ヒドロキシカルボン酸の環状エステル成分、ポリエステル、ポリエーテル、ポリカーボネート、またはセルロース誘導体との共重合体が挙げられる。

【0021】乳酸成分としては乳酸及び乳酸の環状二量体のラクチドが挙げられる。乳酸は、光学活性を有するモノマーで、L-乳酸、D-乳酸が存在する。また、ラクチドには、L-ラクチド、D-ラクチド、MESO-ラクチドの異性体がある。そのため、乳酸系ポリマーはこれら二種の乳酸、三種のラクチドを組み合わせることにより好ましいポリマー特性を実現できる。

【0022】特に、本発明の乳酸系ポリマーでは、高い耐熱性を実現するためには、乳酸として、光学活性は高い方が好ましい。具体的には乳酸として、総乳酸中、L体或いはD体が70重量%以上含まれることが好ましい。更に優れた耐熱性を得るためにには、乳酸としてL体或いはD体が85重量%以上含まれることが好ましい。

【0023】また、ラクチドについてもL-ラクチドド或いはD-ラクチドを総ラクチド中、70重量%以上含むことが好ましい。更に優れた耐熱性を得るためにには、L-ラクチド或いはD-ラクチドの含量は、総ラクチド中、85重量%以上である。商業的にはL-乳酸の方が発酵合成により安価で高純度のものが得られるため、乳酸系ポリマーの乳酸としてはL-乳酸を、ラクチドとしてはL-ラクチドを使用することが有利である。

【0024】乳酸成分と共に重合させるモノマー成分のヒドロキシカルボン酸成分としては、グリコール酸、ジメチルグリコール酸、 β -ヒドロキシプロパン酸、 α -ヒドロキシ酪酸、 β -ヒドロキシ酪酸、 γ -ヒドロキシ酪酸、 α -ヒドロキシ吉草酸、 β -ヒドロキ吉草酸、 γ -ヒドロキシ吉草酸、 δ -ヒドロキシ吉草酸、 δ -ヒドロキシメチル吉草酸、 α -ヒドロキシカプロン酸、 β -ヒドロキカプロン酸、 γ -ヒドロキシカプロン酸、 δ -ヒドロキシカプロン酸、 ϵ -ヒドロキシカプロン酸、 ϵ -ヒドロキシメチルカプロン酸等から選ばれる少なくとも一種以上の成分からなることが好ましい。

【0025】また、ヒドロキシカルボン酸の環状エステル成分としては、グリコリド、 β -メチル- δ -バレロラクトン、 γ -バレロラクトン、 γ -ウンデカラクトン、 ϵ -カプロラクトン、パラジオキサン等から選ばれる少なくとも一種以上の成分からなることが好ましい。

【0026】次に乳酸系ポリマーの製造方法について説明する。本発明に言う乳酸系ポリマーが、乳酸成分の単独重合体である場合は、Polymer, 20巻, 1459頁(1979年)に見られるように、ラクチドを開

環重合触媒の存在下で開環重合した後、或いは特開平6-172502号公報に開示されているように、溶剤の共存下で、乳酸を直接重縮合した後、残留揮発成分、とりわけ残留ラクチドを除去して製造される。

【0027】また本発明に言う乳酸系ポリマーが、乳酸成分と、他のヒドロキシカルボン酸成分或いはヒドロキシカルボン酸の環状エステル成分との共重合体の場合には、乳酸と他のヒドロキシカルボン酸成分を直接重縮合することにより、或いはラクチドとヒドロキシカルボン酸の環状エステル成分を、触媒の存在下に重合することにより得られ、好ましくは、その後、残留揮発成分、とりわけ残留ラクチドを除去して製造される。

【0028】特に本発明の乳酸系ポリマーが、乳酸成分と、他のヒドロキシカルボン酸成分或いはヒドロキシカルボン酸の環状エステル成分との共重合体である場合は、該共重合体中の乳酸成分が40重量%以上であると、得られた樹脂の強度が高く、透明度も高い。

【0029】次に、乳酸系ポリマーが、乳酸成分、ジカルボン酸成分とジオール成分を必須成分としてなる共重合体である場合は、得られた成形品が疎水性であり、高い柔軟性を付与する上で好ましい。

【0030】この乳酸成分とジカルボン酸成分とジオール成分を必須成分としてなる乳酸系ポリマーとは、具体的には、乳酸成分をその共重合体中に30重量%以上含有し、ジカルボン酸成分とジオール成分からなるポリエステルを70重量%未満含有する共重合体が挙げられる。その製法は問わないが、ジカルボン酸成分とジオール成分からなるポリエステルとラクチドとを開環重合触媒の存在下で共重合やエステル交換反応させた後、或いは特開平7-172425号公報に開示されているように乳酸とジカルボン酸成分とジオール成分とを触媒や溶剤の共存下で、脱水、脱グリコールによる縮重合させた後、残留揮発成分、とりわけ残留ラクチドを除去して製造される。

【0031】さらに、ラクチドを原料として得られたポリ乳酸や、乳酸を溶剤の共存或いは非存在下に縮重合して得られたポリ乳酸と、ジカルボン酸成分とジオール成分からなるポリエステルとをエステル交換触媒の共存下でエステル交換させた後、残留揮発成分、とりわけ残留ラクチドを除去して製造される。

【0032】更に、前記の乳酸系ポリマーを製造する時に使用されるジカルボン酸成分とジオール成分からなるポリエステルは、ジカルボン酸成分とジオール成分とをエステル化触媒の存在下、減圧条件下で脱水、脱グリコールを行い縮重合させる方法、特開平7-172425号公報に開示されているようなジカルボン酸成分とジオール成分とを触媒の存在下、脱水剤の使用条件下で脱水、脱グリコールを行い縮重合させる方法等により製造することができる。

【0033】乳酸成分と共に重合させるジカルボン酸成分

7
ジオール成分については、特に制約は無いが、具体的にはコハク酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ブラシル酸、シクロヘキサンジカルボン酸、ダイマー酸、マレイン酸、フマル酸、タル酸、イソタル酸、テレタル酸等から選ばれる少なくとも一種以上のジカルボン酸成分と、炭素数2~10のジオール、具体的にはエチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、ペンタンジオール、ヘキサメチレングリコール、オクタンジオール、

【0034】ネオペンチルグリコール、シクロヘキサンジメタノール、水添ビスフェノールA、キシレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ジブロピレングリコール、ジブタンジオール、3-ヒドロキシビバリルビバレート等から選ばれる少なくとも一種以上のジオール成分が挙げられる。

【0035】乳酸系ポリマーが乳酸成分とジカルボン酸成分とジオール成分からなるポリエステルを含む共重合体の場合、カルボン酸成分とジオール成分からなるポリエステルの割合は特には問わないが、該ポリエステルの割合が高くなるに従い、柔軟性が増し、その数十重量%の共重合体はポリプロピレンやポリエチレン相当の柔軟性となり、本発明に使用されるチューブとして好ましい特性を有する。

【0036】芳香族ポリエステルについては、J. A P PLIDED POLYMER SCIENCE, 26巻、441(1981年)に述べられているように、芳香族ジカルボン酸成分と脂肪族ジカルボン酸成分の両者を原料にしたポリエステルでも、酵素による分解を受けて生分解性を持つことが知られ、本発明に用いる乳酸系ポリマーについても、ジカルボン酸成分として、芳香族系のものも使用可能である。

【0037】芳香族ジカルボン酸成分を少量含有したポリエステルは、強度が向上するが、その添加量が多くなると、脂肪族ジカルボン酸を用いた時に比べ、生分解性が低下する傾向があり、必要とされる成形品の強度と生分解性能のバランスにおいて、その添加量は決定されるべきである。

【0038】乳酸系ポリマーの溶融混練や溶融成形時の熱安定性や貯蔵安定性を向上させるためには、特に、乳酸系ポリマー中の残留ラクチド、乳酸、そのオリゴマー等の酸成分を低減することが効果的である。その低減方法としては、乳酸系ポリマーの製造工程の後に取り付けられた脱揮槽、フィルムエバボレーター、ペント付押出機等の脱揮装置を用いて除去するか、溶剤析出法より除去するか、アルコール、ケトン、炭化水素等の溶剤を用いて、溶解させずに、浸漬或いは分散後に抽出除去することができる。

【0039】また、乳酸系ポリマー製造時に使用する重合触媒を重合反応後に失活処理することにより、乳酸系ポリマー中のラクタイド、乳酸、そのオリゴマー等の酸

成分を低減させることができる。重合触媒の失活処理は、乳酸系ポリマーの製造工程の末期や製造後に、触媒失活剤の添加やその接触により該ポリマー中の触媒と反応させて達成できる。重合触媒の失活剤としては、酸性リン酸エステル類、キレート剤が特に好ましい。

【0040】重合触媒の失活剤として用いるキレート剤には、有機系キレート剤と無機系キレート剤がある。有機系キレート剤は、吸湿性が少なく、熱安定性に優れる。使用できる有機系キレートとしては、特に、限定されないが、アミノ酸、フェノール類、ヒドロキシカルボン酸、ジケトン類、アミン類、オキシム、フェナントロリン類、ピリジン化合物、ジチオ化合物、配位原子としてN含有フェノール、配位原子としてN含有カルボン酸、ジアゾ化合物、チオール類、ポルフィリン類等が挙げられる。

【0041】具体的には、アミノ酸としてはグリシン、ロイシン、アラニン、セリン、 α -アミノ酪酸、アセチルアミノ酢酸、グリシルグリシン、グルタミン酸など、フェノール類としてはアリザリン、*t*-ブチルカテコール、4-イソプロピルトロポロン、クロモトローブ酸、タイロン、オキシン、没食子酸プロピルなど、ヒドロキシカルボン酸としては酒石酸、藤酸、クエン酸、クエン酸モノオクチル、ジベンゾイル-D-酒石酸、ジパラトルオイル-D-酒石酸等、

【0042】ジケトン類としてはアセチルアセトン、ヘキサフルオロアセチルアセトン、ベンゾイルアセトン、テノイルトリフルオロアセトン、トリフルオルアセチルアセトンなど、アミン類としてはエチレンジアミン、ジエチレントリアミン、1, 2, 3-トリアミノプロパン、チオジエチルアミン、トリエチレンテトラミン、トリエタノールアミン、テトラエチレンペントミン、ペンタエチレンヘキサミンなど、オキシムとしてはジメチルグリオキシム、 α , α -フリルジオキシム、サリチルアルドキシム等、

【0043】フェナントロリン類としてはネオクブロイン、1, 10-フェナントロリンなど、ピリジン化合物としては2, 2-ビビリジン、2, 2', 2"-テルビリジンなど、ジチオ化合物としてはキサントゲン酸、ジエチルジチオカルバミン酸、トルエン-3, 4-ジチオール等、配位原子N含有フェノールとしては α -アミノフェノール、オキシン、ニトロソR塩、2-ニトロソ-5-ジメチルアミノフェノール、1-ニトロソ-2-ナフトール、8-セレノキノリン等、

【0044】配位原子N含有カルボン酸としてはキナルジン酸、ニトリロ三酢酸、エチレンジアミン二酢酸、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸、エチレンジアミン四酢酸、*trans*-シクロヘキサンジアミン四酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸、トリエチレンテトラミン六酢酸、アニリン二酢酸、2-スルホアニリン二酢酸、3-スルホアニリン二酢酸、4-スルホアニリン二

酢酸、2-アミノ安息香酸-N、N-二酢酸、3-アミノ安息香酸-N、N-二酢酸、4-アミノ安息香酸-N、N-二酢酸、メチルアミン二酢酸、β-アラニン-N、N-二酢酸、

【0045】β-アミノエチルスルホン酸-N、N-二酢酸、β-アミノエチルホスホン酸-N、N-二酢酸など、ジアゾ化合物としてはジフェニルカルバゾン、マグネソン、ジチゾン、エリオクロムブラックT、4-(2-チアゾリルアゾ)レゾルシン、1-(2-ビリジルアゾ)-2-ナフトールなど、チオール類としてはチオオキシン、チオナリド、1,1,1-トリフルオロー-4-(2-チエニル)-4-メルカプト-3-ブテン-2-オン、3-メルカプト-p-ケレゾール等、

【0046】ポルフィリン類としてはテトラフェニルポルフィン、テトラキス(4-N-メチルピリジル)ポルフィン等、その他としてクペロン、ムレキシド、ポリエチレンイミン、ポリメチルアクリロイルアセトン、ポリアクリル酸等及びそれらの混合物を挙げができる。

【0047】なかでも、効率よく乳酸系ポリマー中に含まれる触媒の金属イオンと配位結合し、ポリマー末端の切断を抑制する有機系キレート剤としては、ニトリロ三酢酸、エチレンジアミン二酢酸、テトラエチレンペタミン、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸、エチレンジアミン四酢酸、trans-シクロヘキサンジアミン四酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸、トリエチレンテトラミン六酢酸等の配位原子N含有カルボン酸、

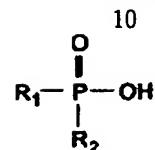
【0048】酒石酸、ジベンゾイル-D-酒石酸、ジパラトルオイル-D-酒石酸、クエン酸、クエン酸モノオクチル等のヒドロキシカルボン酸が挙げられる。特に、上記の配位原子N含有カルボン酸は熱安定性や貯蔵安定性に優れ、ヒドロキシカルボン酸は着色が少ない特徴を有している。

【0049】無機系キレート剤は、吸湿性が高く、吸湿すると、効果がなくなるため、取り扱いに注意を要する。具体的には、リン酸、亜リン酸、ピロリン酸、ポリリン酸等のリン酸類を挙げができる。

【0050】また、酸性リン酸エステル類は、乳酸系ポリエステル中に含有される触媒の金属イオンと錯体を形成し、触媒活性を失わせ、ポリマー鎖の切断を抑制する効果を示す。酸性リン酸エステル類としては、酸性リン酸エステル、ホスホン酸エステル、アルキルホスホン酸等及びその混合物を指すもので、次にその一般式を示す。

【0051】

【化1】



【0052】(式中、R₁はアルキル基又はアルコキシル基、R₂はアルキル基又はアルコキシル基又はヒドロキシル基を示す。)

【0053】具体的には、酸性リン酸エステルとしては、リン酸モノメチル、リン酸ジメチル、リン酸モノエチル、リン酸ジエチル、リン酸モノプロピル、リン酸ジプロピル、リン酸モノイソプロピル、リン酸ジイソプロピル、リン酸モノブチル、リン酸ジブチル、リン酸モノペンチル、リン酸ジペンチル、リン酸モノヘキシル、リン酸ジヘキシル、リン酸モノオクチル、リン酸ジオクチル、リン酸モノ2-エチルヘキシル、リン酸ジ2-エチルヘキシル、リン酸モノデシル、

【0054】リン酸ジデシル、リン酸モノイソデシル、リン酸ジイソデシル、リン酸モノウンデシル、リン酸ジウンデシル、リン酸モノドデシル、リン酸ジドデシル、リン酸モノテトラデシル、リン酸ジテトラデシル、リン酸モノヘキサデシル、リン酸ジヘキサデシル、リン酸モノオクタデシル、リン酸ジオクタデシル、リン酸モノフェニル、リン酸ジフェニル、リン酸モノベンジル、リン酸ジベンジル等、

【0055】ホスホン酸エステルとしては、ホスホン酸モノメチル、ホスホン酸モノエチル、ホスホン酸モノプロピル、ホスホン酸モノイソプロピル、ホスホン酸モノブチル、ホスホン酸モノペンチル、ホスホン酸モノヘキシル、ホスホン酸モノオクチル、ホスホン酸モノエチルヘキシル、ホスホン酸モノデシル、ホスホン酸モノイソデシル、ホスホン酸モノウンデシル、ホスホン酸モノドデシル、ホスホン酸モノテトラデシル、ホスホン酸モノヘキサデシル、ホスホン酸モノオクタデシル、ホスホン酸モノフェニル、ホスホン酸モノベンジル等、

【0056】アルキルホスホン酸としては、モノメチルホスホン酸、ジメチルホスホン酸、モノエチルホスホン酸、ジエチルホスホン酸、モノプロピルホスホン酸、ジプロピルホスホン酸、モノイソプロピルホスホン酸、ジイソプロピルホスホン酸、モノブチルホスホン酸、ジブチルホスホン酸、モノペンチルホスホン酸、ジペンチルホスホン酸、モノヘキシルホスホン酸、ジヘキシルホスホン酸、イソオクチルホスホン酸、ジオクチルホスホン酸、モノエチルヘキシルホスホン酸、ジエチルヘキシルホスホン酸、モノデシルホスホン酸、ジデシルホスホン酸、

【0057】モノイソデシルホスホン酸、ジイソデシルホスホン酸、モノウンデシルホスホン酸、ジウンデシルホスホン酸、モノドデシルホスホン酸、ジドデシルホスホン酸、モノテトラデシルホスホン酸、ジテトラデシル

ホスホン酸、モノヘキサデシルホスホン酸、ジヘキサデシルホスホン酸、モノオクタデシルホスホン酸、ジオクタデシルホスホン酸などや、モノフェニルホスホン酸、ジフェニルホスホン酸、モノベンジルホスホン酸、ジベンジルホスホン酸等、及びそれらの混合物を挙げることができる。

【0058】酸性リン酸エステル類は有機溶剤との溶解性がよいため作業性に優れ、乳酸系ポリマーとの反応性に優れる。なかでも酸性リン酸エステルは触媒の失活に大きな効果を示す。

【0059】更に、重合触媒の失活処理に用いるキレート剤及び／又は酸性リン酸エステル類の添加量は、その種類、乳酸系ポリエステル中に含まれる触媒の種類、量によって異なるが、乳酸系ポリエステル100重量部に対して、0.001～5重量部を添加することが好ましい。いずれのキレート剤、酸性リン酸エステル類もポリマー鎖の切断を最小に抑えることができ、また、有機系キレート剤、無機系キレート剤、酸性リン酸エステル類を混合して使用しても差し支えない。

【0060】しかしキレート剤や酸性リン酸エステル類を過剰に添加すると、貯蔵中に乳酸系ポリエステル鎖が切断され、低分子量化、低粘度化して、本発明の性能が得られないことがあるため、適正量を添加する必要がある。

【0061】重合触媒の失活処理後の乳酸系ポリマー中のラクタイド、乳酸、そのオリゴマー等の酸成分の低減方法としては、重合触媒の失活処理後に取り付けられた脱揮槽、フィルムエバポレーター、ベント付押出機などの脱揮装置を用いて除去するとか、良溶媒に溶解後、貧溶剤中に析出させることによって除去するとか、アルコール、ケトン、炭化水素などの溶剤を用いて、溶解せずに、浸漬或いは分散後抽出して除去することができる。

【0062】また、乳酸系ポリマーの触媒失活方法としては、乳酸系ポリマーに含有されている触媒を除くことが効果的である。その方法としては、公知の方法、例えば特開平8-34844号公報、特開平8-109250号公報などに開示されているように、乳酸系ポリマーを有機溶剤に溶解後、酸性物質及び水と接触させ、有機層を分離して触媒を除去し、失活させることもできる。

【0063】本発明の乳酸系ポリマーを用いた場合、得られるポリマーの分子量を調整することによって分解時間、即ち、肥料効果を調節できる。また、乳酸および乳酸のオリゴマーまたはラクチドのポリマー中の残留量を多くすることにより分解時間を短くすることが可能である。この他、可塑剤、無機物、有機物及び、澱粉のような生分解性ポリマーを加えても分解時間を調節することが出来る。

【0064】本発明に使用する可塑剤としては、肥料としての安全性の高いものが好ましく、ポリエステル、エ

ポキシ誘導体、フタル酸エステル、ポリエーテル等の可塑剤が好ましく。具体例としては、アセチルクエン酸トリプチル、クエン酸トリプチル、グリセリントリアセテート、グリセリントリプロピオネート、トリエチレンジコールジカブレート、トリエチレンジコールジカブリート、フタル酸ジエチル、フタル酸ジオクチル、フタル酸ジフェニル、フタル酸ジクロヘキシル、セバシン酸ジブチル、アゼライン酸ジヘキシル、アゼライン酸ジオクチル、アジピン酸ジオクチル、脂肪酸のエポキシ誘導体、ポリエチレンジコール等が挙げられる。

【0065】無機物、有機物としては、安全性の高いものが好ましく、具体的には、タルク、炭酸カルシウム、シリカ、クレー、ケイソウ土、パーライト、リン酸一水素カルシウム、リン酸二水素カルシウム、リン酸三カルシウム、ヒドロキシアパタイト、グラスファイバー等の非水溶性無機物、石灰、硝酸ソーダ、硝酸カルシウム、硝酸アンモニウム、硫酸アンモニウム、リン酸アンモニウム、硝酸カリウム、硫酸カリウム、塩化カリウム、リン酸一水素カリウム、リン酸二水素カリウム、リン酸三カリウム等の水溶性無機物、

【0066】或いは木粉、活性炭、ヤシ殻、胡桃粉、コニャク、芝生等の草類等の非水溶性有機物、澱粉、セルロース、レーヨン、ポリビニルアルコール、アミロース、メチルセルロース、ヒドロキシセルロース、アセテート、ポリエチレンオキサイド、ポリペプチド等の水溶性有機物を挙げることができる。上記の水溶性無機物及び水溶性有機物のブレンド量は生分解性ポリマーに対し、1～80%、好ましくは5～60%である。

【0067】非水溶性無機物を生分解性ポリマーにブレンドしたものは、チューブ作製の際の延伸時に微細孔ができ、得られた緩効性カプセル内の肥料の放出速度を調節できる。そのときの孔径は無機物の種類、粒径の大きさにより異なるが、粒径の微細な無機物を使用したときには、0.01～0.1μの微細孔を得ることができる。その様な微細な孔径でも生分解性ポリマーは水との親和性があるため、水はカプセル内に進入していく。無機物の粒径の大きなものを使用したときには、1mm程度の孔径のものも得ることができる。

【0068】非水溶性有機物をブレンドしたものは、その種類により分解性が異なるため、得られた緩効性肥料カプセルの分解性を制御できる。このときも、非水溶性有機物の種類、粒径の大きさにより、0.01μ～1mmの孔径のものも得ることができる。また水溶性無機物及び水溶性有機物は水に溶解するため、水の接触により、容易に本緩効性肥料カプセルに孔が開きカプセル内の肥料を放出できる。従って、水溶性無機物及び水溶性有機物の種類、ブレンド量、形状、大きさ等により、孔径を色々変えカプセル内の肥料の放出速度をきめ細かく調節できる。

【0069】次に、この緩効性カプセル肥料の製造方法

について述べる。本発明の緩効性カプセル肥料は、生分解性ポリマーのチューブ内に肥料及び、肥料の溶出口となる溶出紐を導入し任意の間隔で溶着切断することを特徴とする。特に、生分解性ポリマーのチューブに肥料を注入するには、このチューブをポリマーペレット原料からインフレーション法により製造しながら、製造されたチューブ内に肥料物質を単独又は混合物として、或いは適度の温度と水分を与えてスラリー状や液状として、肥料の溶出口となる溶出紐と共に導入する。

【0070】肥料及び、肥料の溶出口となる溶出紐等の入ったポリマーフィルムは冷空気或いは冷水にて冷却されながら延伸され、熱収縮作用により径2~15mmのチューブになり、これを肥料が固化する前にチューブをそのままの状態で、或いは3~30mm間隔で、熱板接着、超音波接着、高周波接着を行い、肥料をポリマーチューブ内にカプセル状に孤立状態にならしめ、溶接部を切断する。このポリマーのチューブは押出機で得られたフィルムをチューブ状にヒートシールして作製しても良い。

【0071】肥料の徐放時間は、肥料の溶出口となる溶出紐の材質、形状、太さ、本数に大きく左右される。その他に、肥料の種類、生分解性ポリマーの種類、カプセルのサイズ、形状、厚みによっても制御され、さらに、生分解性ポリマーから成るカプセルの厚みの異なるカプセルや、材質、太さ、本数等の異なる肥料の溶出紐を混合することにより制御される。

【0072】さらに、生分解性ポリマーの分子量、残留モノマーや、可塑剤、無機物、有機物、澱粉等の生分解性ポリマーに含まれる成分によっても制御される。特に、肥料の溶出口となる溶出紐を細く、本数を少なく、しかも、生分解性ポリマーのカプセルを厚く、分子量を高くし、かつ残留モノマー、可塑剤等の含有量を少なくすることにより、長期間徐放性を有する緩効性肥料となる。一般にカプセルの厚みは0.01mm~0.5mmが好ましい。

【0073】肥料の溶出口となる溶出紐の材質としては、生分解性を有するもので、セルロース、レーヨン、木綿、ポリビニルアルコール等から選ばれた一種以上の材質が好ましい。また、形状としては、断面が、円形、楕円形、星形、半円形等挙げられる。さらに、太さとしては0.01mm~5mm、好ましくは0.1mm~2mmである。

【0074】肥料を包含する生分解性ポリマーには、肥料が意図に反した漏出をしないよう孔が開かないようにすることが必要であるが、逆に積極的に孔を開けたり、チューブを不織布状にして漏出速度を調節することもできる。

【0075】また、本発明に使用の肥料の溶出口となる溶出紐の代わりに、それと同様の材質、例えばセルロース、レーヨン、木綿、ポリビニルアルコール等の一一種以

上を粉末状、顆粒状、糸状等にして生分解性ポリマーに溶融ブレンドして、使用しても良い。

【0076】本緩行性肥料中の肥料としては特に種類を問わず、有機及び無機の肥料に使用できる。生分解性ポリマーと肥料とを混練して緩効性肥料を作る場合、一般に水溶性が高く追肥が必要な無機肥料が適している。具体的には油粕、魚肥、石灰、尿素、炭酸カルシウム、リン酸カルシウム、硫酸アンモニウム、硝酸アンモニウム、塩化アンモニウム、リン酸アンモニウム、硫酸カリウム、塩化カリウム、リン酸カリウム等が挙げられる。

【0077】特に生分解性ポリマーが分解し有機分となることからも無機肥料との組み合わせが有効である。リン酸質、炭酸質、硫酸質、窒素質、マグネシウム質、カルシウム質、カリ質を含むことが好ましく、特にリン酸質、窒素質、カリ質を含むことが好ましく、リン酸塩、塩基性窒素、硝酸性窒素、カリ塩を含むものが好ましい。具体的な例として、硝酸カリウム、リン酸カリウム、リン酸水素カリウム、硝酸アンモニウム、リン酸アンモニウム、及びこの混合物やこれらの物質を含むものが挙げられる。

【0078】本発明の緩行性肥料には、必要に応じて目的植物の生育に悪影響を及ぼさない範囲で農薬類を加えることができる。農薬類については種類を問わないが、具体的には殺菌剤、殺虫剤、除草剤、植物成長調節剤等、また目的植物の成長を促す目的で土壤改良剤(材)等を加えても良い。

【0079】殺菌剤としては、特に種類を問わないが具体的には、銅剤、イオウ剤、フェノール剤、キノン剤、および抗生物質等が挙げられる。殺虫剤も特に種類を問わないが、具体的には、有機塩素系、有機リン系殺虫剤等が挙げられる。また除草剤としては、具体的には、フェノール系、カーバメート系、ウレア系、トリアジン系殺草剤等が挙げられる。植物成長調節剤としては、発芽促進剤、発根促進剤、伸長抑制剤等が挙げられる。土壤改良剤(材)は、具体的には、泥炭、木炭、バーミキュライト、パーライト等が挙げられる。

【0080】本発明の緩効性肥料中に加える農薬類、土壤改良剤(材)の量については、特に限定はないが、農薬類は緩効性肥料中の重量の30%以下が好ましい。土壤改良剤(材)は緩効性肥料の重量の200%以下が好ましい。

【0081】本発明の緩効性肥料が適用可能な植物は、特にその種類は問わないが、具体的には、米、麦、黍等の穀類、大豆、小豆等の豆類、ゴボウ、大根、人参、ピート等の根菜類、ホウレン草、小松菜、キャベツ等の葉菜類、ピーマン、キュウリ、トマト、茄子、いちご、すいか等の果菜類や、ひまわり、すすき、芝、コスモス等が挙げられる。

【0082】本発明の緩効性肥料の土壤への適用方法は、生分解性ポリマーの中で、脂肪族ポリエステル、と

りわけ乳酸系ポリマーは、水溶性でないため、土壤上に置いても、緩効性肥料の崩壊を早めることはなく安定に使用できる。しかもこのカプセル肥料は、肥料がカプセル中に完全に内包されているため、根焼けの心配がなく、多量の肥料を一度に散布することができる。

【0083】施肥時期については、特に限定されず、播種時、苗の植え替え時等いつでも使用できる。本発明の緩効性カプセル肥料は肥料の溶出口となる溶出紐の材質、太さ、本数、或いは本カプセルの形状、サイズ、生分解性ポリマー、カプセルの厚み、分子量、残存モノマー、可塑剤の含有量他、有機物、無機物の添加により包含肥料の放出時期及び放出期間が任意に制御可能である。

【0084】このため、適用できる徐放期間は1週間～2年間が可能である。実際の除放期間は、適用する植物種によるが、穀類および豆類は通常6カ月～1年間、根菜類および果菜類は通常2～6カ月、葉菜類、花き類は通常1～4カ月が好ましい。

【0085】

【実施例】次に実施例を挙げて本発明を更に具体的に説明するが、本発明は、もとより、ここで記載の肥料種、乳酸系ポリマーまたは添加剤の種類および配合比率、植物のみに限定されることなく広い範囲で使用可能である。なお、例中の部、%は特に記載ない限り全て重量基準である。

【0086】【参考例1】ポリエステル（イソフタル酸5モル%、コハク酸35モル%、アジピン酸10モル%、エチレングリコール25モル%、ネオペンチルグリコール25モル%、重量平均分子量58,000（ポリスチレン換算））15部と、L-ラクチド85部と、トルエン15部とを反応釜に仕込み、不活性ガス雰囲気下で、175℃で1時間それらを溶融混合し、オクタン酸錫を0.03部加えて、同温度で6時間反応させた後、200℃に昇温し、5 Torrの減圧下で脱揮し、ペレット化した。得られた乳酸系ポリマーの重量平均分子量は158,000（ポリスチレン換算）であった。

【0087】【参考例2】ポリエステル（セバシン酸50モル%、エチレングリコール30モル%、1,6-ヘキサンジオール20モル%、重量平均分子量55,000（ポリスチレン換算））30部と、L-ラクチド68部と、D-ラクチド2部と、トルエン15部とを反応釜に仕込み、不活性ガス雰囲気下で、175℃で1時間それらを溶融混合し、オクタン酸錫を0.03部加えて、同温度で6時間反応させた後、リン酸モノデシルとリン酸ジデシルとの混合物を0.1部加え、更に30分間反応させ、次いで200℃に昇温し、5 Torrの減圧下で脱揮し、ペレット化した。得られた乳酸系ポリマーの重量平均分子量は139,000（ポリスチレン換算）であった。

【0088】【参考例3】ポリエステル（コハク酸50

モル%、エチレングリコール35モル%、ネオペンチルグリコール15モル%、重量平均分子量54,000（ポリスチレン換算））20部と、L-ラクチド78部と、D-ラクチド2部と、トルエン15部とを反応釜に仕込み、不活性ガス雰囲気下で、175℃で1時間それらを溶融混合し、オクタン酸錫を0.03部加えて、同温度で6時間反応させた後、エチレンジアミン四酢酸を0.2部加え、更に30分間反応させ、次いで200℃に昇温し、5 Torrの減圧下で脱揮し、ペレット化した。得られた乳酸系ポリマーの重量平均分子量は151,000（ポリスチレン換算）であった。

【0089】【実施例1】参考例1で得られた乳酸系ポリマーを、径6mmのサーチューラーダイより180℃で押し出し、直径8mmのチューブ状のフィルムし、これに肥料の溶出口となる溶出紐として径0.8mmのセルロース紐を挿入し、さらに、尿素52部、塩化カリウム48部の混合物を導入した。これを25℃の空気中で冷却しながら延伸し、最終的に径7mmのチューブにし、長さ10mm毎に180℃の熱板で熱融着し、融着部を切断しさらに冷たい空気中にて冷却し、カプセル肥料を作製した。

【0090】カプセルの厚みは25μmであった。このカプセル肥料の窒素、カリの各成分の含有率は24.0%、25.0%であった。このカプセル肥料を水分80%を含有する土壤に入れ、溶出肥料成分の経時変化を調べた結果を表1に示す。

【0091】【実施例2】参考例2で得られた乳酸系ポリマーを、50mm単軸押出機を用いて、シリンダー温度180～200℃、吐出量20kg/時間、幅60mm、巻き取り速度15m/分と、25m/分の条件で、30μmと、20μmの乳酸系ポリマーのフィルムを作製した。

【0092】このフィルムを直径約5mmのチューブになるようにヒートシールし、このチューブ内に肥料溶出紐として径0.9mmのポリビニルアルコール製の紐を挿入し、更に、硝酸カリウム30部、第二リン酸アンモニウム17部、第一リン酸カリウム30部、硝酸アンモニウム23部の混合物をチューブに詰め、長さ10mm毎に180℃の熱板で熱融着し、融着部を切断しさらに冷たい空気中にて冷却し、カプセル肥料を作製した。

【0093】このカプセル肥料の窒素、リン、カリの各成分の含有率は16.0%、11.0%、20.0%であった。このカプセル肥料を水分80%を含有する土壤に入れ、溶出肥料成分の経時変化を調べた結果を表1に示す。

【0094】【実施例3】参考例3で得られた乳酸系ポリマーを、径6mmのサーチューラーダイより180℃で押し出し、直径8mmのチューブ状のフィルムし、これに肥料溶出紐として径0.5mmのレーヨン紐を3本挿入し、尿素10部、硝酸アンモニウム13部、塩化カリ

ウム24部、第一リン酸アンモニウム38部、水15部よりなる50℃の肥料スラリーを注入した。

【0095】これを冷たい空気中で冷却しながら延伸し、最終的に径6mmのチューブにし、長さ8mm毎に180℃の熱板で熱融着し、融着部を切断しさらに冷たい空気中にて冷却し、カプセル肥料を作製した。カプセルの厚みは30μmであった。このカプセル肥料の窒素、リン、カリの各成分の含有率は14.0%、10.2%、12.6%であった。このカプセル肥料を水分80%を含有する土壤中に入れ、溶出肥料成分の経時変化を調べた結果を表1に示す。

【0096】【実施例4】乳酸系ポリマーとしてL-ボリ乳酸(ピュラック社製、重量平均分子量157,800(ポリスチレン換算))を使用し、押し出し条件でカプセルの厚みを50μmにする以外は、実施例3と同様の方法で緩効性カプセル肥料を作製した。このカプセル肥料の窒素、リン、カリの各成分の含有率は13.8%、10.0%、12.4%であった。このカプセル肥料を水分80%を含有する土壤中に入れ、溶出肥料成分の経時変化を調べた結果を表1に示す。

【0097】【実施例5】乳酸系ポリマーとして、ポリビニルアルコールの粉末を10%ドライブレンドした参考例2で得られた乳酸系ポリマーを使用する以外は、実施例1と同様の方法で緩効性カプセル肥料を作製した。このカプセル肥料の窒素、カリの各成分の含有率は23.5%、24.0%であった。このカプセル肥料を水分80%を含有する土壤中に入れ、溶出肥料成分の経時変化を調べた結果を表2に示す。

【0098】【実施例6】乳酸系ポリマーとして、リン酸三カリウムの粉末を5%、塩化カリウムの粉末を5%ドライブレンドした参考例2で得られた乳酸系ポリマーを使用する以外は、実施例1と同様の方法で緩効性カプセル肥料を作製した。このカプセル肥料の窒素、カリの各成分の含有率は23.0%、24.5%であった。このカプセル肥料を水分80%を含有する土壤中に入れ、溶出肥料成分の経時変化を調べた結果を表2に示す。

【0099】【比較例1】乳酸系ポリマーの代わりにポリエチレンを使用する以外は、実施例3と同様の方法で緩効性カプセル肥料を作製した。このカプセル肥料の窒素、リン、カリの各成分の含有率は13.7%、9.8%、12.3%であった。このカプセル肥料を水分80%を含有する土壤中に入れ、溶出肥料成分の経時変化を調べた結果を表3に示す。なお、このカプセルは生分解せず、半年後もそのまま残っていた。

【0100】【比較例2】参考例2で得られた乳酸系ポリマーを、メチルエチルケトン(MEK)の15%溶液として縦型噴流式の流動床で直径2mmの無機の肥料粒に被覆した。流動床中の乾燥温度80~100℃、0.5時間の条件で、塩化カリウム26部、硝酸アンモニウム22部、第一リン酸アンモニウム52部から成る顆粒状肥料85部に、乳酸系ポリマー15部になるように被覆した。

【0101】得られたカプセル肥料の窒素、リン、カリの各成分の含有率は14.0%、13.5%、14.0%であった。このカプセル肥料を水分80%を含有する土壤中に入れ、溶出肥料成分の経時変化を調べた結果を表3に示す。

【0102】【比較例3】参考例3で得られた乳酸系ポリマーと肥料とを、60部対40部になるようにニーダーによって混練した。混練温度は160℃、混練速度は2kg/時間で行った。混練後は直径約3mmのストランド状に取り出した。取りだしたストランドをペレタイザーで、長さ4mmに切断した。肥料としては塩化カリウム、硝酸アンモニウム、第一リン酸アンモニウムを、それぞれ26部、22部、52部の比率で使用した。

【0103】得られたカプセル肥料の窒素、リン、カリの各成分の含有率は13.5%、13.5%、14.0%であった。このカプセル肥料を水分80%を含有する土壤中に入れ、溶出肥料成分の経時変化を調べた結果を表3に示す。

【0104】【比較例4】参考例3で得られた乳酸系ポリマーを、径6mmのサーチューラーダイより180℃で押し出し、直径8mmのチューブ状のフィルムし、これに尿素54部、塩化カリウム48部よりなる顆粒状の肥料を注入した。これを25℃の空気中で冷却しながら延伸し、最終的に径6mmのチューブにし、長さ10mm毎に180℃の熱板で熱融着し、融着部を切断しさらに冷たい空気中にて冷却し、カプセル肥料を作製した。カプセルの厚みは30μmであった。

【0105】得られたカプセル肥料の窒素、リン酸、カリの各成分の含有率は25.0%、24.0%であった。このカプセル肥料を水分80%を含有する土壤中に入れ、溶出肥料成分の経時変化を調べた結果を表3に示す。なお、得られたカプセルにはエアーが多量入っており、浮き上がり、肥料の放出は不十分であった。

【0106】

【表1】

		肥効成分溶出率 (%)					
時間 (週)		0	2	4	8	12	20
実施例 1	窒 素	0	13	37	87	95	98
	リ ン	0	0	0	0	0	0
	カ リ	0	12	36	86	93	97
実施例 2	窒 素	0	20	48	91	97	99
	リ ン	0	19	47	90	95	98
	カ リ	0	19	46	90	97	99
実施例 3	窒 素	0	10	28	69	87	92
	リ ン	0	11	27	67	88	93
	カ リ	0	9	30	69	86	91
実施例 4	窒 素	0	0	15	60	88	95
	リ ン	0	1	16	58	89	94
	カ リ	0	0	14	59	90	95

【0107】

* * 【表2】

		肥効成分溶出率 (%)					
時間 (週)		0	2	4	8	12	20
実施例 5	窒 素	0	16	46	90	96	98
	リ ン	0	0	0	0	0	0
	カ リ	0	15	45	89	94	98
実施例 6	窒 素	0	17	48	92	97	99
	リ ン	0	0	0	0	0	0
	カ リ	0	16	47	90	95	99

【0108】

【表3】

		肥効成分溶出率(%)					
時間(週)		0	2	4	8	12	20
比較例 1	窒素	0	0	0	0	0	0
	リン	0	0	0	0	0	0
	カリ	0	0	0	0	0	0
比較例 2	窒素	0	85	98	100	100	100
	リン	0	83	97	100	100	100
	カリ	0	80	98	100	100	100
比較例 3	窒素	0	98	100	100	100	100
	リン	0	96	100	100	100	100
	カリ	0	97	100	100	100	100
比較例 4	窒素	0	0	2	4	7	7
	リン	0	0	0	0	0	0
	カリ	0	0	1	2	6	6

【0109】

【発明の効果】本発明は、成形が容易で肥料の放出量及び放出期間の制御が可能で、充分な量の肥料を一度に施肥でき、しかも肥料被覆材が分解して環境中に残留することなく、その被覆材による発芽・発育阻害がない、

且つ、ポリマーとして乳酸系ポリマーを使用したときには、生じた有機酸の作用によって、雑菌の繁殖も抑制できる、優れた生分解性緩効性カプセル肥料、及びその製造法を提供できる。

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-259083

(43)Date of publication of application : 29.09.1998

(51)Int.Cl. C05G 3/00
C08L 67/04

(21)Application number : 09-062905 (71)Applicant : DAINIPPON INK & CHEM INC

(22)Date of filing : 17.03.1997 (72)Inventor : KAKIZAWA YASUTOSHI

(54) PRODUCTION OF SLOW-ACTING CAPSULE FERTILIZER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a biodegradable slow-acting capsule fertilizer enabling control of release amount and release period thereof, capable of applying a sufficient amount of fertilizer at a time, without causing decomposition of a fertilizer-coating material and remaining in environment, free from prevention of germination and growth and capable of readily encapsulating and provide a method for producing the capsule fertilizer.

SOLUTION: This method for producing slow-acting capsule fertilizer comprises passing one or more biodegradable strings through a tube composed of a biodegradable polymer, then packing fertilizer into the tube, cutting the tube at arbitrary intervals and fusing the tube. This slow-acting capsule fertilizer is produced by the producing method and in the fertilizer, one or more biodegradable strings are passed through the tube composed of the biodegradable polymer.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

*** NOTICES ***

**JPO and NCIP are not responsible for any
damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The manufacturing method of the slow effect capsule fertilizer which characterizes the string of one or more resolvability through, and is characterized by subsequently cutting and welding a tube at spacing of arbitration after being filled up with fertilizer in a tube at the tube which consists of a biodegradability polymer.

[Claim 2] The manufacturing method of a slow effect capsule fertilizer according to claim 1 with which a biodegradability polymer is characterized by being a lactic-acid system polymer.

[Claim 3] The manufacturing method of a slow effect capsule fertilizer according to claim 2 characterized by a lactic-acid system polymer being a lactic-acid system polymer which carried out deactivation processing of the catalyst.

[Claim 4] The manufacturing method of a slow effect capsule fertilizer according to claim 2 or 3 with which a lactic-acid system polymer is characterized by using a lactic-acid component, a dicarboxylic acid component, and a diol component as an indispensable component.

[Claim 5] The manufacture approach of the slow effect capsule fertilizer any one publication of claim 1-4 characterized by making a biodegradability polymer contain an inorganic substance and/or the organic substance.

[Claim 6] The manufacturing method of the slow effect capsule fertilizer of any one publication of claim 1-4 with which the string of resolvability is characterized by consisting of a cellulose, rayon, cotton, or polyvinyl alcohol.

[Claim 7] The manufacturing method of the slow effect capsule fertilizer of any one publication of claim 1-4 with which fertilizer is characterized by the shape of melting, the shape of a slurry, and the liquefied thing.

[Claim 8] Slow effect capsule fertilizer which was manufactured according to the manufacturing method of any one publication of claim 1-7 and which let the string of one or more resolvability pass in the tube which consists of a biodegradability polymer.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

**JPO and NCIP are not responsible for any
damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]**[0001]**

[Field of the Invention] This invention relates to the manufacturing method of the slow effect capsule fertilizer which consists of fertilizer and a film of a biodegradability polymer. The slow effect capsule fertilizer of this invention is easy to fabricate, it excels in elution control, and vegetable root burning is not started. Moreover, the slow effect capsule fertilizer of this invention emits fertilizer gradually, it is decomposed and a biodegradability polymer disappears. Moreover, when a lactic-acid system polymer is used as a biodegradability polymer, it has the outstanding effectiveness which also controls propagation of saprophytic bacteria according to an operation of the organic acid generated according to biodegradation.

[0002]

[Description of the Prior Art] Sprinkling and laying underground as an approach of fertilizing farmland from the former at the time of seeding is performed, and an additional fertilizer is performed further if needed. Since fertilizer flows out with water spray, storm sewage, etc. especially in the case of water-soluble fertilizer, such as a urea, an ammonium sulfate, an ammonium nitrate, an ammonium chloride, potassium chloride, ammonium phosphate, calcium phosphate, potassium phosphate, and potassium sulfate, the need for an additional fertilizer is high. Moreover, since a lot of dressing cannot be performed at once when growing comparatively at a long period of time, it runs short only with the fertilizer at the time of seeding, and an additional fertilizer is needed.

[0003] The slow acting fertilizer covered with the ingredient which uses the aquosity emulsion and melamine resin of a thermoplastic polymer, such as styrene, as a principal component as the amelioration (JP,3-46430,B), The slow acting fertilizer covered with the composite of ethylene, vinyl acetate and a carbon monoxide copolymer, and polyolefine (JP,2-23515,B), Or the slow acting fertilizer covered with ethylene and a carbon monoxide copolymer (JP,2-23516,B), The slow acting fertilizer (JP,2-23517,B) covered with Pori (3-hydroxy alkanoate), the slow acting fertilizer (JP,8-157290,A) covered with polyalkylene carboxylate are known.

[0004] The slow acting fertilizer covered with the ingredient which uses the aquosity emulsion and melamine resin of a thermoplastic polymer, such as styrene, as a principal component is cheap, and, generally is sold widely. Although a fertilizer part carries out swelling breaking gradually with water and humidity by which these were sprinkled after seeding, a coat part does not have resolvability, and since it is stable, it has the fault which remains for a long time in an environment. Moreover, it has a fault with the same said also of the slow acting fertilizer covered with the composite of ethylene, vinyl acetate and a carbon monoxide copolymer, and polyolefine or the slow acting fertilizer covered with ethylene and a carbon monoxide copolymer.

[0005] In the slow acting fertilizer covered with Pori (3-hydroxy alkanoate) or polyalkylene carboxylate, the dissolution gradual release of the fertilizer part is gradually carried out after seeding by water and humidity which were sprinkled, biodegradation of the coat part is carried out by the microorganism etc., and it has the advantage to which a polymer does not remain in an environment, either.

[0006] On the other hand, each of these slow acting fertilizer sprays the solution which liquefied covering material with the solvent etc. on a granular structure, and it dries by the hot blast style after a coat, and it is manufactured. However, by such coat approach, the bleedoff control effectiveness

that a chip and fertilizer were stabilized in the homogeneity of a coat is not acquired, and a manufacture process also adheres to coat equipment, or covering material has a fault inferior to productivity.

[0007] Moreover, in order to dissolve only in solvents, such as chloroform and dichloroethane, polymers, such as Pori (3-hydroxy alkanoate) or polyalkylene carboxylate, have a problem on an environment, when manufacturing. In addition, what blended starch in polyethylene is known at a low price and widely as one by which Kamiichi is carried out as a polymer which receives biodegradation. However, such blend resin has the trouble that the non-biodegradability part which remained remains in an environment, after the part decomposed by microorganisms, such as starch, disappears.

[0008]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] It can fertilize at once, moreover fertilizer covering material disassembles the fertilizer of the burst size of fertilizer, and amount possible [control of a bleedoff period], and sufficient, and the technical problem which this invention tends to solve does not remain in an environment, does not have sprout / growth inhibition by the covering material, and is to offer the biodegradability slow effect capsule fertilizer which can be encapsulated easily, and its manufacturing method.

[0009]

[Means for Solving the Problem] this invention persons insert the string of the resolvability used as elution opening of fertilizer into [after fabricating a biodegradability polymer in the shape of a tube] it, as a result of inquiring wholeheartedly. Subsequently welding and by cutting after being filled up with fertilizer From the elution string which becomes elution opening of the obtained capsule having resolvability According to an elution string's size, a number, construction material, etc. which can control the bleedoff time amount of fertilizer, disassemble a capsule, disappear after seeding further, and serve as elution opening of about [not having an adverse effect into an environment] and fertilizer Moreover, by using the capsule made from a tube which consists of the biodegradability polymer from which thickness differs It finds out that the bleedoff nature of fertilizer is finely controllable, and that propagation of saprophytic bacteria can be controlled by the organic acid produced by decomposition when a lactic-acid system polymer is used further, and came to complete this invention.

[0010] Namely, this invention (1) The manufacturing method of the slow effect capsule fertilizer which characterizes the string of one or more resolvability through, and is characterized by subsequently cutting and welding a tube at spacing of arbitration after being filled up with fertilizer in a tube at the tube which consists of a biodegradability polymer, [0011] (2) Manufacturing method of a slow effect capsule fertilizer given in (1) to which a biodegradability polymer is characterized by being a lactic-acid system polymer (3) The manufacturing method of a slow effect capsule fertilizer given in (2) characterized by a lactic-acid system polymer being a lactic-acid system polymer which carried out deactivation processing of the catalyst, [0012] (4) (2) to which a lactic-acid system polymer is characterized by using a lactic-acid component, a dicarboxylic acid component, and a diol component as an indispensable component, or manufacturing method of a slow effect capsule fertilizer given in (3) (5) The manufacture approach of the slow effect capsule fertilizer any one publication of (1) - (4) characterized by making a biodegradability polymer contain an inorganic substance and/or the organic substance, [0013] (6) Manufacturing method of the slow effect capsule fertilizer of any one publication of (1) - (4) with which the string of resolvability is characterized by consisting of a cellulose, rayon, cotton, or polyvinyl alcohol (7) The manufacturing method of the slow effect capsule fertilizer of any one publication of (1) - (4) with which fertilizer is characterized by the shape of melting, the shape of a slurry, and the liquefied thing, and [0014] (8) It is the slow effect capsule fertilizer which was manufactured according to the manufacturing method of any one publication of above-mentioned (1) - (7) and which let the string of one or more resolvability pass in the tube which consists of a biodegradability polymer.

[0015]

[Embodiment of the Invention] This invention is explained below at a detail. Especially as a biodegradability polymer used by this invention, although not limited, the polymer indicated by 28 pages of biodegradable plastic handbooks (May 26, 1995 issuance for biodegradable plastic

seminars), such as aliphatic series polyester, starch system naturally-occurring polymers, and chitosan system naturally-occurring polymers, aliphatic series polyester amide, cellulose acetate, etc. are mentioned, and Kamiichi of the some has already been carried out. Having biodegradability generally is known and such a polymer is decomposed into carbon dioxide gas or water thoroughly [methane] under anaerobic conditions under aerobic conditions.

[0016] Each of polyester especially compounded from a dicarboxylic acid component and a diol component in aliphatic series polyester and lactic-acid system polymers compounded considering a lactic-acid component as a subject has low water solubility, and it has the effectiveness which controls propagation of the saprophytic bacteria which are not made into the object according to an operation of the lactic acid moreover generated like a decomposition fault in a lactic-acid system polymer, without melting into water, and being eluted or making the connoted fertilizer leak carelessly.

[0017] It is difficult to produce the film of thin meat, in order that the fragment of a microorganism etc. may mix into a polymer in a production process, although the polyester of microorganism production in aliphatic series polyester is excellent in the resolvability by the microorganism, and although biodegradability is comparatively good, since what blended polyvinyl alcohol to starch with the starch system giant molecule is inferior to a water resisting property, a limit is received in an activity.

[0018] It is reduced-pressure conditions under existence of an esterification catalyst about a dicarboxylic-acid component and a diol component, it is the service condition of a dehydrating agent, and reduced-pressure conditions under existence of a catalyst about the approach of performing and carrying out the polycondensation of dehydration and the deglycol, the dicarboxylic-acid component which is indicated by JP,7-172425,A, and a diol component as the manufacture approach of the aliphatic-series polyester compounded from the dicarboxylic-acid component used for this invention, and a diol component, and it can manufacture by the approach of performing and carrying out the polycondensation of dehydration and the deglycol etc. Although especially the class of aliphatic series polyester is not asked, in order to obtain a good moldability, weight average molecular weight is 3,000-400,000, and what is the melting point of 50-130 degrees C is suitable.

[0019] Next, the lactic-acid system polymer used for this invention is explained. Although especially the class of lactic-acid system polymer used for this invention is not asked, in order to obtain a good moldability, weight average molecular weight is 3,000-400,000, and what is the melting point of 50-200 degrees C is suitable. In order to acquire short emission efficiency, molecular weight is 3,000-30,000 and what is the melting point of 50 degrees C - 160 degrees C is suitable. In order to acquire prolonged emission efficiency, molecular weight is 30,000-400,000 and what is the melting point of 100-200 degrees C is suitable.

[0020] The lactic-acid system polymer said by this invention means what contains a lactic-acid component 30% of the weight or more in a lactic-acid system polymer. Specifically, a lactic-acid system polymer points out a blend object with a copolymer with the homopolymer of a lactic-acid component, a lactic-acid component and other monomer components, and a polymer component, a lactic-acid system polymer, a biodegradability polymer, starch, etc. As an example of a copolymer with a lactic-acid component, other monomer components, and a polymer component, a copolymer with a lactic-acid component, a hydroxycarboxylic acid component and the cyclic-ester component of hydroxycarboxylic acid, polyester, a polyether, a polycarbonate, or a cellulosic is mentioned.

[0021] As a lactic-acid component, the lactide of the annular dimer of a lactic acid and a lactic acid is mentioned. A lactic acid is the monomer which has optical activity, and L-lactic acid and D-lactic acid exist. Moreover, there is an isomer of L-lactide, D-lactide, and a MESO-lactide in a lactide. Therefore, a lactic-acid system polymer can realize a desirable polymer property by combining these two sorts of lactic acids, and three sorts of lactides.

[0022] In order to realize high thermal resistance by the lactic-acid system polymer of this invention especially, the higher one of optical activity is desirable as a lactic acid. Specifically, it is desirable as a lactic acid that L bodies or D object is included 70% of the weight or more among the total lactic acid. Furthermore, in order to obtain the outstanding thermal resistance, it is desirable that L bodies or D object is included 85% of the weight or more as a lactic acid.

[0023] Moreover, it is desirable that L-RAKUCHIDODO or D-lactide is included 70% of the weight

or more among the total lactide also about a lactide. Furthermore, in order to obtain the outstanding thermal resistance, the content of L-lactide or D-lactide is 85 % of the weight or more among the total lactide. L-lactic acid is commercially cheaper by fermentation composition, and since the thing of a high grade is obtained, it is advantageous to use L-lactic acid as a lactic acid of a lactic-acid system polymer, and to use L-lactide as a lactide.

[0024] As a hydroxycarboxylic acid component of the monomer component which carries out copolymerization to a lactic-acid component A glycolic acid, a dimethyl glycolic acid, beta-hydroxy propanoic acid, alpha-hydroxybutyric acid, beta-hydroxybutyric acid, the gamma-hydroxybutyric acid, an alpha-hydroxy valeric acid, beta-HIDOROKI valeric acid, a gamma-hydroxy valeric acid, a delta-hydroxy valeric acid, delta-hydroxymethyl valeric acid, an alpha-hydroxy caproic acid, beta-HIDOROKI caproic acid, The thing which is chosen from a gamma-hydroxy caproic acid, a delta-hydroxy caproic acid, delta-hydroxymethyl caproic acid, an epsilon-hydroxy caproic acid, epsilon-hydroxymethyl caproic acid, etc. and which consist of a component more than a kind at least is desirable.

[0025] Moreover, as a cyclic-ester component of hydroxycarboxylic acid, the thing which is chosen from glycolide, a beta-methyl-delta-valerolactone, gamma-valerolactone, g undecalactone, epsilon-caprolactone, PARAJIOKISANON, etc. and which consist of a component more than a kind at least is desirable.

[0026] Next, the manufacture approach of a lactic-acid system polymer is explained. the residual volatile constituent after carrying out ring opening polymerization of the lactide under existence of a ring-opening-polymerization catalyst so that Polymer, 20 volumes, and 1459 pages (1979) may see, when the lactic-acid system polymer told to this invention is the homopolymer of a lactic-acid component, or after carrying out the direct polycondensation of the lactic acid under coexistence of a solvent as indicated by JP,6-172502,A -- a residual lactide is especially removed and it is manufactured.

[0027] moreover, the thing which the lactic-acid system polymer told to this invention does to a lactic acid for the direct polycondensation of other hydroxycarboxylic acid components in the case of the copolymer of a lactic-acid component, and an other hydroxycarboxylic acid components or the cyclic-ester component of hydroxycarboxylic acid -- or the cyclic-ester component of a lactide and hydroxycarboxylic acid is obtained by carrying out a polymerization to the bottom of existence of a catalyst -- having -- desirable -- an after that and residual volatile constituent -- a residual lactide is especially removed and it is manufactured.

[0028] Especially when the lactic-acid system polymer of this invention is the copolymer of a lactic-acid component, and an other hydroxycarboxylic acid components or the cyclic-ester component of hydroxycarboxylic acid, the reinforcement of the resin obtained as the lactic-acid component in this copolymer is 40 % of the weight or more is high, and it is highly transparent.

[0029] Next, when a lactic-acid system polymer is the copolymer which becomes considering a lactic-acid component, a dicarboxylic acid component, and a diol component as an indispensable component, the obtained mold goods are hydrophobicity, and it is desirable when giving high flexibility.

[0030] The copolymer with which the lactic-acid system polymer which becomes considering this lactic-acid component, a dicarboxylic acid component, and a diol component as an indispensable component contains the polyester which specifically contains a lactic-acid component 30% of the weight or more in that copolymer, and consists of a dicarboxylic acid component and a diol component less than 70% of the weight is mentioned. Although not asked, after [which depends a lactic acid a dicarboxylic acid component, and a diol component on dehydration and a deglycol under ***** of a catalyst or a solvent as JP,7-172425,A indicates the polyester and the lactide which consist of a dicarboxylic acid component and a diol component under existence of a ring-opening-polymerization catalyst copolymerization and after carrying out an ester exchange reaction or] carrying out condensation polymerization, the process removes a residual volatile constituent and a division residual lactide, and is manufactured.

[0031] Furthermore, after carrying out the ester interchange of the polylactic acid obtained considering the lactide as a raw material, the polylactic acid obtained by carrying out condensation polymerization of the lactic acid to the bottom of coexistence or nonexistence of a solvent, and the

polyester which consists of a dicarboxylic acid component and a diol component under coexistence of an ester interchange catalyst, a residual volatile constituent and a division residual lactide are removed, and it is manufactured.

[0032] Furthermore, the polyester which consists of the dicarboxylic-acid component used when manufacturing the aforementioned lactic-acid system polymer, and a diol component can manufacture by the approach of carrying out dehydration and a deglycol and carrying out the condensation polymerization of a dicarboxylic-acid component and the diol component under existence of an esterification catalyst and reduced-pressure conditions, the approach of carrying out dehydration and a deglycol and carrying out the condensation polymerization of a dicarboxylic-acid component and the diol component which is indicated by JP,7-172425,A under the service condition of a dehydrating agent under existence of a catalyst, etc.

[0033] It is ethylene glycol, propylene glycol, a butylene glycol, pentanediol, hexamethylene glycol, octanediol, and [0034] in the dicarboxylic acid component more than a kind, the diol of carbon numbers 2-10, and a concrete target that it is few as specifically being chosen out of a succinic acid, an adipic acid, an azelaic acid, a sebamic acid, a brasylic acid, cyclohexane dicarboxylic acid, dimer acid, a maleic acid, a fumaric acid, a phthalic acid, isophthalic acid, a terephthalic acid etc. about the dicarboxylic acid component and diol component which carry out copolymerization to a lactic-acid component, although there is especially no constraint neopentyl glycol, cyclohexane dimethanol, hydrogenation bisphenol A, a xylene glycol, a diethylene glycol, triethylene glycol, dipropylene glycol, and a jib -- it is chosen out of tongue diol, the 3-hydroxy pivalyl pivalate, etc. -- the diol component more than a kind is mentioned at least.

[0035] In the case of the copolymer containing the polyester with which a lactic-acid system polymer consists of a lactic-acid component, a dicarboxylic acid component, and a diol component, especially the rate of the polyester which consists of a carboxylic-acid component and a diol component is not asked, but the increase of flexibility and dozens of% of the weight of its copolymer serve as polypropylene and the flexibility of polyethylene, and it has a property desirable as a tube used for this invention as the rate of this polyester becomes high.

[0036] About aromatic polyester, it is J.APPLIED. The thing of an aromatic series system is also usable as a dicarboxylic acid component also about the lactic-acid system polymer which having biodegradability in response to decomposition by the enzyme is known, and also uses for this invention the polyester which used both aromatic series dicarboxylic acid component and aliphatic series dicarboxylic acid component as the raw material as stated to POLYMERSCIENCE, 26 volumes, and 441 (1981).

[0037] Although reinforcement of polyester which carried out little content of the aromatic series dicarboxylic acid component improves, if the addition increases, compared with the time of using aliphatic series dicarboxylic acid, there is an inclination for biodegradability to fall and the addition should be determined in the reinforcement of the mold goods needed, and the balance of biodegradability ability.

[0038] Especially in order to raise the thermal stability and storage stability in the time of melting kneading of a lactic-acid system polymer, or melting shaping, it is effective to reduce acid components, such as a residual lactide in a lactic-acid system polymer, a lactic acid, and its oligomer. Extract clearance can be carried out after immersion or distribution, without removing as the reduction approach using devolatilizers, such as a devolatilizer tank attached after the production process of a lactic-acid system polymer, a film evaporator, and an extruder with a vent, removing from the solvent depositing method, or making it dissolve using solvents, such as alcohol, a ketone, and a hydrocarbon.

[0039] Moreover, acid components, such as lactide in a lactic-acid system polymer, a lactic acid, and its oligomer, can be reduced by carrying out deactivation processing of the polymerization catalyst used at the time of lactic-acid system polymer manufacture after a polymerization reaction. After the last stage of the production process of a lactic-acid system polymer, or manufacture, deactivation processing of a polymerization catalyst is made to react with the catalyst in this polymer by addition and its contact of a catalyst quencher, and can be attained. Especially as a quencher of a polymerization catalyst, alkyl acid phosphate and a chelating agent are desirable.

[0040] There are an organic system chelating agent and an inorganic system chelating agent as

chelating agent used as a quencher of a polymerization catalyst. An organic system chelating agent has little hygroscopicity, and it is excellent in thermal stability. Especially as an organic system chelate which can be used, although not limited, N content carboxylic acid, a diazo compound, thiols, and porphyrins are mentioned as N content phenol and a coordination atom as amino acid, phenols, hydroxycarboxylic acid, diketones, amines, an oxime, phenanthrolines, a pyridine compound, a dithio compound, and a coordination atom.

[0041] Specifically as amino acid, it is [0042] as hydroxycarboxylic acid, such as alizarin, t-butyl catechol, 4-isopropyl tropolone, chromotropic acid, tiron, an oxine, and propyl gallate, as phenols, such as a glycine, a leucine, an alanine, a serine, alpha-aminobutyric acid, acetylaminooacetic acid, a glycylglycine, and glutamic acid, such as tartaric-acid, oxalic acid, citric-acid, and citric-acid mono-octyl, a dibenzoyl-D-tartaric acid, and a JIPARA toluoyl-D-tartaric acid. As diketones, it is [0043] as amines, such as an acetylacetone, a hexafluoro acetylacetone, a benzoylacetone, thenoyl trifluoroacetone, and the Tori Fluor acetylacetone, as oximes, such as ethylenediamine, diethylenetriamine, 1 and 2, 3-triamino propane, thio diethylamine, triethylenetetramine, triethanolamine, tetraethylenepentamine, and pentaethylenehexamine, such as dimethylglyoxime, alpha, and alpha-furildioxime and salicylaldoxime. As phenanthrolines, it is [0044] as a pyridines compound, such as neocuproin, 1, and 10-phenanthroline, as coordination atom N content phenols, such as xanthogenic acid, diethyldithiocarbamic acid, toluene -3, and 4-dithiol, as dithio compounds, such as 2 and 2-bipyridine, 2, 2', and 2"-TERUPIRIJIRU, such as omicron-aminophenol, an oxine, nitroso R salt, a 2-nitroso-5-dimethylamino phenol, 1-nitroso-2-naphthol, and a 8-seleno quinoline. As a coordination atom N content carboxylic acid, quinolinic acid, nitrilotriacetic acid, Ethylenediamine 2 acetic acid, the hydroxyethyl ethylenediamine triacetic acid, Ethylenediaminetetraacetic acid, trans-cyclohexanediaminetetraacetic acid, A diethylenetriamine pentaacetic acid, triethylenetetramine 6 acetic acid, aniline 2 acetic acid, 2-sulfo aniline 2 acetic acid, 3-sulfo aniline 2 acetic acid, 4-sulfo aniline 2 acetic acid, 2-aminobenzoic-acid-N and N-2 acetic-acid, 3-aminobenzoic-acid-N, and N-2 acetic-acid, 4-aminobenzoic-acid-N, and N-2 acetic-acid, monomethylamine 2 acetic-acid, beta-alanine-N, and N-2 acetic acid, [0045] beta-aminoethylsulfonic acid-N and N-2 acetic-acid, beta-aminoethyl phosphonic acid-N, and N-2 acetic acid etc., As a diazo compound, diphenylcarbazone, magneson, a dithizone, Eriochrome Black T, 4-(2-thiazolyl azo) resorcinol, As thiols, such as 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol, it is [0046], such as thiooxine, thionalide, 1 and 1, 1-trifluoro-4-(2-thienyl)-4-mercaptop-3-butene-2-ON, and 3-mercaptop-p-cresol. As porphyrins, tetraphenylporphine, tetrakis (4-N-methyl pyridyl) porphin, etc. can be mentioned, and those mixture, such as a cupferron, a murexide, polyethyleneimine, the poly methyl acryloyl acetone, and polyacrylic acid, can be mentioned as others.

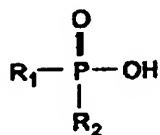
[0047] As an organic system chelating agent which coordinates with the metal ion of the catalyst efficiently included in a lactic-acid system polymer, and controls cutting of a polymer end especially, it is coordination atom N content carboxylic acids, such as nitrilotriacetic acid, ethylenediamine 2 acetic acid, tetraethylenepentamine, hydroxyethyl ethylenediamine triacetic acid, ethylenediaminetetraacetic acid, trans-cyclohexanediaminetetraacetic acid, a diethylenetriamine pentaacetic acid, and triethylenetetramine 6 acetic acid, and [0048]. Hydroxycarboxylic acid, such as tartaric-acid, dibenzoyl-D-tartaric-acid, JIPARA toluoyl-D-tartaric-acid, citric-acid, and citric-acid mono-octyl, is mentioned. Especially the above-mentioned coordination atom N content carboxylic acid is excellent in thermal stability or storage stability, and hydroxycarboxylic acid has the description with little coloring.

[0049] If hygroscopicity is high and absorbs moisture, since effectiveness will be lost, handling takes caution to an inorganic system chelating agent. Specifically, phosphoric acids, such as a phosphoric acid, phosphorous acid, a pyrophosphoric acid, and polyphosphoric acid, can be mentioned.

[0050] Moreover, alkyl acid phosphate forms the metal ion and complex of a catalyst which are contained in lactic-acid system polyester, it makes catalytic activity lose, and shows the effectiveness which controls cutting of a polymer chain. As alkyl acid phosphate, the mixture, such as alkyl acid phosphate, phosphonate, and alkyl phosphonic acid, is pointed out, and the general formula is shown below.

[0051]

[Formula 1]



[0052] (As for R1, an alkyl group or an alkoxy group, and R2 show an alkyl group, an alkoxy group, or hydroxyl among a formula.)

[0053] Specifically as alkyl acid phosphate, it is phosphoric-acid monomethyl, phosphoric-acid dimethyl, phosphoric-acid monoethyl, diester phosphate, phosphoric-acid monopropyl, dipropyl phosphate, phosphoric-acid mono-isopropyl, phosphoric-acid diisopropyl, phosphoric-acid monobutyl, dibutyl phosphate, phosphoric-acid mono-pentyl, phosphoric-acid dipentyl, phosphoric-acid mono-hexyl, phosphoric-acid dihexyl, phosphoric-acid mono-octyl, phosphoric-acid dioctyl, phosphoric-acid mono-2-ethylhexyl, ***** 2-ethylhexyl, phosphoric-acid mono-DESHIRU, and [0054]. [0055], such as phosphoric-acid JIDESHIRU, phosphoric-acid mono-isodecyl, phosphoric-acid diisodecyl, phosphoric-acid mono-undecyl, phosphoric-acid JIUNDESHIRU, phosphoric-acid mono-dodecyl, phosphoric-acid didodecyl, phosphoric-acid mono-tetradecyl, phosphoric-acid ditetradecyl, phosphoric-acid mono-hexadecyl, phosphoric-acid JIHEKISADESHIRU, phosphoric-acid mono-octadecyl, phosphoric-acid dioctadecyl, phosphoric-acid monophenyl, phosphoric-acid diphenyl, phosphoric-acid mono-benzyl, and phosphoric-acid dibenzyl As phosphonate, it is [0056], such as phosphonic acid monomethyl, phosphonic acid monoethyl, phosphonic acid monopropyl, phosphonic acid mono-isopropyl, phosphonic acid monobutyl, phosphonic acid mono-pentyl, phosphonic acid mono-hexyl, phosphonic acid mono-octyl, phosphonic acid monoethyl hexyl, phosphonic acid mono-DESHIRU, phosphonic acid mono-isodecyl, phosphonic acid mono-undecyl, phosphonic acid mono-dodecyl, phosphonic acid mono-tetradecyl, phosphonic acid mono-hexadecyl, phosphonic acid mono-octadecyl, phosphonic acid monophenyl, and phosphonic acid mono-benzyl. As alkyl phosphonic acid, monomethyl phosphonic acid, dimethyl phosphonic acid, Monoethyl phosphonic acid, diethyl phosphonic acid, monopropyl phosphonic acid, Dipropyl phosphonic acid, mono-isopropyl phosphonic acid, diisopropyl phosphonic acid, Monobutyl phosphonic acid, dibutyl phosphonic acid, mono-pentyl phosphonic acid, Dipentyl phosphonic acid, mono-hexyl phosphonic acid, dihexyl phosphonic acid, iso octyl phosphonic acid, dioctyl phosphonic acid, monoethyl hexyl phosphonic acid, diethyl hexyl phosphonic acid, mono-DESHIRU phosphonic acid, JIDESHIRU phosphonic acid, [0057] Mono-isodecyl phosphonic acid, diisodecyl phosphonic acid, mono-undecyl phosphonic acid, JIUNDE sill phosphonic acid, mono-dodecyl phosphonic acid, didodecyl phosphonic acid, mono-tetradecyl phosphonic acid, ditetradecyl phosphonic acid, mono-hexadecyl phosphonic acid, JIHEKISADE sill phosphonic acid, mono-octadecyl phosphonic acid, dioctadecyl phosphonic acid, etc. monophenyl phosphonic acid, diphenyl phosphonic acid, mono-benzyl phosphonic acid, dibenzyl phosphonic acid, etc. can mention those mixture.

[0058] Since solubility of alkyl acid phosphate with an organic solvent is good, it is excellent in workability, and it is excellent in reactivity with a lactic-acid system polymer. Alkyl acid phosphate shows big effectiveness to deactivation of a catalyst especially.

[0059] Furthermore, although the addition of the chelating agent used for deactivation processing of a polymerization catalyst and/or alkyl acid phosphate changes with the class, the class of catalyst included in lactic-acid system polyester, and amounts, it is desirable to add 0.001 - 5 weight section to the lactic-acid system polyester 100 weight section. Which chelating agent and alkyl acid phosphate can suppress cutting of a polymer chain to min, and even if it mixes and uses an organic system chelating agent, an inorganic system chelating agent, and alkyl acid phosphate, it does not interfere.

[0060] However, if a chelating agent and alkyl acid phosphate are added superfluously, a lactic-acid system polyester chain is cut during storage, it hypoviscosity-izes, and since the engine performance of this invention is not sometimes obtained [low-molecular-weight-ization and], it is necessary to add a proper amount.

[0061] As the reduction approach of acid components, such as lactide in the lactic-acid system polymer after deactivation processing of a polymerization catalyst, a lactic acid, and its oligomer The devolatilizer tank attached after deactivation processing of a polymerization catalyst, a film

evaporator, Without removing by removing using devolatilizers, such as an extruder with a vent, or making it deposit in [after dissolving in a good solvent] a poor solvent, or making it dissolve using solvents, such as alcohol, a ketone, and a hydrocarbon, it can extract after immersion or distribution and can remove.

[0062] Moreover, it is effective to remove the catalyst contained in the lactic-acid system polymer as the catalyst deactivation approach of a lactic-acid system polymer. The acid and water can be made to be able to contact after dissolving a lactic-acid system polymer in an organic solvent, an organic layer can be separated, and deactivation of the catalyst can be removed and carried out as indicated by a well-known approach, for example, JP,8-34844,A, JP,8-109250,A, etc. as the approach.

[0063] When the lactic-acid system polymer of this invention is used, the resolving time, i.e., the fertilizer effectiveness, can be adjusted by adjusting the molecular weight of the polymer obtained. Moreover, it is possible by making [many] the amount of residuals in the oligomer of a lactic acid and a lactic acid, or the polymer of a lactide to shorten the resolving time. In addition, the resolving time can be adjusted even if it adds a plasticizer, an inorganic substance, the organic substance, and a biodegradability polymer like starch.

[0064] As a plasticizer used for this invention, what has the high safety as a fertilizer is desirable, and plasticizers, such as polyester, an epoxy derivative, phthalic ester, and a polyether, are desirable. As an example, acetyl tributyl citrate, tributyl citrate, triacetin, glycerol tripropionate, a triethylene glycol JIKAPU rate, triethylene glycol dicaprylate, a diethyl phthalate, a dioctyl phthalate, diphenyl phthalate, dicyclohexyl phthalate, a dibutyl sebacate, azelaic-acid dihexyl, dioctyl azelate, dioctyl adipate, the epoxy derivative of a fatty acid, a polyethylene glycol, etc. are mentioned.

[0065] As an inorganic substance and the organic substance, what has high safety is desirable, and, specifically, it is water-soluble inorganic substances, such as nonaqueous solubility inorganic substances, such as talc, a calcium carbonate, a silica, clay, the diatom earth, a perlite, calcium phosphate monobasic, calcium primary phosphate, tricalcium phosphate, hydroxyapatite, and glass fiber, lime, sodium nitrate, a calcium nitrate, an ammonium nitrate, an ammonium sulfate, ammonium phosphate, a potassium nitrate, potassium sulfate, potassium chloride, dibasic potassium phosphate, a potassium dihydrogenphosphate, and phosphoric-acid 3 potassium, and [0066]. Or the water-soluble organic substance, such as the nonaqueous solubility organic substance, such as grass, such as wood flour, activated carbon, coconut husks, walnut powder, konnyaku, and grass, starch, a cellulose, rayon, polyvinyl alcohol, an amylose, methyl cellulose, a hydroxy cellulose, acetate, polyethylene oxide, and a polypeptide, can be mentioned. The amount of blends of the water-soluble above-mentioned inorganic substance and the water-soluble organic substance is 5 - 60% preferably 1 to 80% to a biodegradability polymer.

[0067] What blended the nonaqueous solubility inorganic substance to the biodegradability polymer can do micropore at the time of the drawing in the case of tube production, and can adjust the bleedoff rate of the fertilizer in the obtained slow effect capsule. Although the aperture at that time changes with the class of inorganic substance, and magnitude of particle size, when an inorganic substance with a detailed particle size is used, micropore (0.01-0.1micro) can be obtained. Since a biodegradability polymer has compatibility with water also as for such a detailed aperture, water advances into the capsule. When what has a big particle size of an inorganic substance is used, the thing of an about 1mm aperture can also be obtained.

[0068] Since resolvability changes with the classes, what blended the nonaqueous solubility organic substance can control the resolvability of the obtained slow-acting-fertilizer capsule. Also at this time, the thing of a 0.01micro - 1mm aperture can also obtain with the class of nonaqueous solubility organic substance, and the magnitude of particle size. Moreover, since a water-soluble inorganic substance and the water-soluble organic substance dissolve in water, a hole can emit the fertilizer in an aperture capsule to this slow-acting-fertilizer capsule easily by contact of water. Therefore, with the class of a water-soluble inorganic substance and water-soluble organic substance, the amount of blends, a configuration, magnitude, etc., various apertures are changed and the bleedoff rate of the fertilizer in a capsule can be adjusted finely.

[0069] Next, the manufacture approach of this slow effect capsule fertilizer is described. Slow effect capsule fertilizer of this invention is characterized by introducing the elution string which becomes elution opening of fertilizer and fertilizer in the tube of a biodegradability polymer, and carrying out

joining cutting at intervals of arbitration. Manufacturing this tube by the tubular film process from a polymer pellet raw material, in order to pour fertilizer into the tube of a biodegradability polymer especially, moderate temperature and moderate moisture are given by using the fertilizer matter as independent or mixture into the manufactured tube, or it introduces with the shape of a slurry, and the elution string which becomes elution opening of fertilizer as liquefied.

[0070] Polymer films into which it went, such as an elution string which becomes elution opening of fertilizer and fertilizer, are extended being cooled with chilled air mind or chilled water. Before it becomes the tube of 2-15mm of diameters according to a heat shrink operation and fertilizer solidifies this, a tube in the condition as it is Or perform hot-platen adhesion, ultrasonic bonding, and high frequency adhesion, fertilizer is made to be capsule-like in an isolated condition in a polymer tube at intervals of 3-30mm, and a weld zone is cut. The tube of this polymer may heat seal the film obtained with the extruder in the shape of a tube, and may produce it.

[0071] The gradual release time amount of fertilizer is greatly influenced by the construction material of the elution string which becomes elution opening of fertilizer, a configuration, a size, and the number. In addition, it is controlled also by the class of fertilizer, the class of biodegradability polymer, the size of a capsule, the configuration, and thickness, and is controlled by mixing the elution string of fertilizer which is [number / the capsule by which the thickness of the capsule which consists of a biodegradability polymer differs further, / construction material, a size, a number] different.

[0072] Furthermore, it is controlled also by the component contained in biodegradability polymers, such as molecular weight of a biodegradability polymer, a residual monomer, and a plasticizer, an inorganic substance, the organic substance, starch. It is thin in the elution string which becomes elution opening of fertilizer especially, is few in a number, and, moreover, becomes slow acting fertilizer which has sustained-release for a long period of time by being thick in the capsule of a biodegradability polymer, and making molecular weight high, and lessening the content of a residual monomer, a plasticizer, etc. Generally the thickness of a capsule has 0.01mm - 0.5 desirablemm.

[0073] The construction material more than a kind which has biodegradability and was chosen from a cellulose, rayon, cotton, polyvinyl alcohol, etc. as construction material of the elution string which becomes elution opening of fertilizer is desirable. Moreover, as a configuration, a cross section is mentioned for circular, an ellipse form, stellate, a semicircle, etc. Furthermore, as a size, it is 0.1mm - 2mm preferably 0.01mm - 5mm.

[0074] Although it is required for the biodegradability polymer which includes fertilizer to make it there be no hole in open so that the break through to which fertilizer was contrary to the intention may not be carried out, a hole can be positively opened in reverse, or a tube can be made into the shape of a nonwoven fabric, and a break-through rate can also be adjusted.

[0075] Moreover, more than kinds, such as rayon, the construction material same instead of as it, for example, a cellulose, cotton, and polyvinyl alcohol, are made into the shape of powder, granularity, and yarn etc., and you may use it for a biodegradability polymer, carrying out a melting blend. [the elution string which becomes elution opening of the fertilizer of the activity to this invention]

[0076] A class is not asked especially as a fertilizer in ***** fertilizer, but it can be used for an organic and inorganic fertilizer. When kneading a biodegradability polymer and fertilizer and making slow acting fertilizer, generally the inorganic fertilizer with high water solubility which needs an additional fertilizer is suitable. Specifically, an oil cake, ****, lime, a urea, a calcium carbonate, calcium phosphate, an ammonium sulfate, an ammonium nitrate, an ammonium chloride, ammonium phosphate, potassium sulfate, potassium chloride, potassium phosphate, etc. are mentioned.

[0077] Combination with inorganic fertilizer is effective also from especially a biodegradability polymer decomposing and becoming a part for organic. It is desirable that the quality of a phosphoric acid, the quality of carbonic acid, the quality of a sulfuric acid, the quality of nitrogen, the quality of magnesium, the quality of calcium, and the quality of potash are included, it is desirable that the quality of a phosphoric acid, the quality of nitrogen, and the quality of potash are included especially, and the thing containing phosphate, basic nitrogen, nitrate nitrogen, and a potash salt is desirable. As a concrete example, the thing containing a potassium nitrate, potassium phosphate, a phosphoric-acid hydrogen potassium, an ammonium nitrate, ammonium phosphate, and

these mixture and these matter is mentioned.

[0078] Agricultural chemicals can be added to the ***** fertilizer of this invention in the range which does not have an adverse effect on growth of the object vegetation if needed. Although a class is not asked about agricultural chemicals, a germicide, an insecticide, a herbicide, a plant growth regulator, etc. may specifically add a soil conditioner (**) etc. in order to urge growth of the object vegetation.

[0079] Especially as a germicide, although a class is not asked, specifically, a copper fungicide, a sulfur agent, a phenol agent, a quinone agent, an antibiotic, etc. are mentioned. Although especially an insecticide does not ask a class, either, specifically, an organic chlorine system, an organic phosphorus system insecticide, etc. are mentioned. Moreover, specifically as a herbicide, a phenol system, a carver mate system, an urea system, a triazine system herbicidal agent, etc. are mentioned. As a plant growth regulator, a germination promoter, a rooting accelerator, an expanding inhibitor, etc. are mentioned. Specifically, as for a soil conditioner (**), peat, charcoal, a vermiculite, a perlite, etc. are mentioned.

[0080] Although there is especially no definition about the amount of the agricultural chemicals added into the slow acting fertilizer of this invention, and a soil conditioner (**), 30% or less of the weight of agricultural chemicals in slow acting fertilizer is desirable. 200% or less of the weight of a soil conditioner (**) of slow acting fertilizer is desirable.

[0081] Although especially the class does not ask the vegetation which can apply the slow acting fertilizer of this invention, specifically, the fruit vegetables of leaf vegetables, such as root vegetables, such as legumes, such as cereals, such as rice, wheat, and millet, an soybean, and Shozu, a burdock, a Japanese radish, a ginseng radix, and a beat, a spinach, Chinese cabbage, and a cabbage, a green pepper, a cucumber, a tomato, an eggplant, a strawberry, a cone, etc., a sunflower, Japanese pampas grass, grass, cosmos, etc. be mentioned.

[0082] In a biodegradability polymer, aliphatic series polyester, since a lactic-acid system polymer is not water solubility, even if it places the application approach to the soil of the slow acting fertilizer of this invention on soil, it does not bring breaking of slow acting fertilizer forward, and can especially use it for stability. And since fertilizer is thoroughly connoted in the capsule, this capsule fertilizer does not have worries about root burning, and can sprinkle a lot of fertilizer at once.

[0083] Especially about a dressing stage, it is not limited but the time of a transplant of a seedling etc. can be used at any time at the time of seeding. The slow effect capsule fertilizer of this invention has controllable bleedoff stage and bleedoff period of inclusion fertilizer to arbitration by addition of the organic substance besides the content of the configuration of the construction material of the elution string which becomes elution opening of fertilizer, a size, a number, or this capsule, size, the thickness of a biodegradability polymer capsule, molecular weight, a residual monomer, and a plasticizer, and an inorganic substance.

[0084] For this reason, one week - two years are possible for an applicable gradual release period. A leaf vegetable and **** usually have [root vegetables and fruit vegetables] one - four months usually desirable [cereals and legumes] for two to six months for [six months -] one year although a actual **** period is based on the vegetable kind to apply.

[0085]

[Example] Next, although an example is given and this invention is explained still more concretely, this invention is usable in the large range, without being limited only to the class of the fertilizer kind of a publication, a lactic-acid system polymer, or additive and the rate of a compounding ratio, and vegetation from the first here. In addition, the section in an example and especially % are weight criteria altogether, as long as it is unstated.

[0086] [the example 1 of reference] -- polyester (five mol % and 35 mol [of succinic acids] % of isophthalic acid --) The ten mol %, ethylene glycol 25 mol %, neopentyl glycol 25 mol %, and weight-average-molecular-weight 58,000 (polystyrene conversion) of adipic acids 15 section, The L-lactide 85 section and the toluene 15 section were taught to the reaction vessel, and under the inert gas ambient atmosphere, after carrying out melting mixing of them at 175 degrees C for 1 hour and making tin octanoate react at the 0.03 sections, in addition this temperature for 6 hours, temperature up was carried out to 200 degrees C, and it devolatilized and pelletized under reduced pressure of 5Torr. The weight average molecular weight of the obtained lactic-acid system polymer was 158,000

(polystyrene conversion).

[0087] [Example 2 of reference] The polyester (50 mol %, ethylene glycol 30 mol %, 1,6-hexanediol 20 mol %, weight average molecular weight 55,000 (polystyrene conversion) of sebacic acids) 30 section, The L-lactide 68 section, the D-lactide 2 section, and the toluene 15 section are taught to a reaction vessel. Under an inert gas ambient atmosphere 175 degrees C -- 1 hour -- them -- melting mixing -- carrying out -- tin octanoate -- the 0.03 sections -- in addition After making it react at this temperature for 6 hours, 0.1 *****s, the mixture of phosphoric-acid mono-DESHIRU and phosphoric-acid JIDESHIRU was made to react for 30 more minutes, subsequently to 200 degrees C, carried out temperature up, and was devolatilized and pelletized under reduced pressure of 5Torr. The weight average molecular weight of the obtained lactic-acid system polymer was 139,000 (polystyrene conversion).

[0088] [Example 3 of reference] The polyester (50 mol %, ethylene glycol 35 mol %, neopentyl glycol 15 mol %, weight average molecular weight 54,000 (polystyrene conversion) of succinic acids) 20 section, The L-lactide 78 section, the D-lactide 2 section, and the toluene 15 section are taught to a reaction vessel. Under an inert gas ambient atmosphere After carrying out melting mixing of them at 175 degrees C for 1 hour and making tin octanoate react at the 0.03 sections, in addition this temperature for 6 hours, 0.2 *****s, ethylenediaminetetraacetic acid was made to react for 30 more minutes, subsequently to 200 degrees C carried out temperature up, and was devolatilized and pelletized under reduced pressure of 5Torr. The weight average molecular weight of the obtained lactic-acid system polymer was 151,000 (polystyrene conversion).

[0089] [Example 1] The lactic-acid system polymer obtained in the example 1 of reference was extruded at 180 degrees C from the circular die of 6mm of diameters, the shape of a tube with a diameter of 8mm carried out the film, the cellulose string of 0.8mm of diameters was inserted as an elution string which becomes elution opening of fertilizer at this, and the mixture of the urea 52 section and the potassium chloride 48 section was introduced further. It extended cooling this in 25-degree C air, and was eventually made the tube of 7mm of diameters, and thermal melting arrival was carried out with the 180-degree C hot platen for every die length of 10mm, and the welding section was cut, it cooled in still colder air, and capsule fertilizer was produced.

[0090] The thickness of a capsule was 25 micrometers. The nitrogen of this capsule fertilizer and the content of each component of potash were 24.0% and 25.0%. This capsule fertilizer is paid into the soil containing 80% of moisture, and the result of having investigated aging of an elution fertilizer component is shown in a table 1.

[0091] [Example 2] The film of a lactic-acid system polymer (30 micrometers and 20 micrometers) was produced for the lactic-acid system polymer obtained in the example 2 of reference the condition for 25m/using 50mm single screw extruder with a part for cylinder-temperature 180 - 15m [in 200 degrees C, the discharge quantity of 20kg/hour, width of face of 60mm, and rolling-up rate].

[0092] This film is heat sealed so that it may become a tube with a diameter of about 5mm. The string made from polyvinyl alcohol of 0.9mm of diameters is inserted as a fertilizer elution string into this tube. Furthermore, the mixture of the potassium-nitrate 30 section, the dibasic-calcium-phosphate 17 section, the first potassium phosphate 30 section, and the ammonium-nitrate 23 section was put in the tube, and thermal melting arrival was carried out with the 180-degree C hot platen for every die length of 10mm, and the welding section was cut, it cooled in still colder air, and capsule fertilizer was produced.

[0093] The content of each component of the nitrogen of this capsule fertilizer, Lynn, and potash was 16.0%, 11.0%, and 20.0%. This capsule fertilizer is paid into the soil containing 80% of moisture, and the result of having investigated aging of an elution fertilizer component is shown in a table 1.

[0094] [Example 3] The lactic-acid system polymer obtained in the example 3 of reference was extruded at 180 degrees C from the circular die of 6mm of diameters, the shape of a tube with a diameter of 8mm carried out the film, three rayon strings of 0.5mm of diameters were inserted in this as a fertilizer elution string, and the 50-degree C fertilizer slurry which consists of the urea 10 section, the ammonium-nitrate 13 section, the potassium chloride 24 section, the monobasic-ammonium-phosphate 38 section, and the water 15 section was poured in.

[0095] It extended cooling this in cold air, and was eventually made the tube of 6mm of diameters, and thermal melting arrival was carried out with the 180-degree C hot platen for every die length of 8mm, and the welding section was cut, it cooled in still colder air, and capsule fertilizer was produced. The thickness of a capsule was 30 micrometers. The content of each component of the nitrogen of this capsule fertilizer, Lynn, and potash was 14.0%, 10.2%, and 12.6%. This capsule fertilizer is paid into the soil containing 80% of moisture, and the result of having investigated aging of an elution fertilizer component is shown in a table 1.

[0096] [Example 4] L-polylactic acid (the product made from PYURAKKU, weight average molecular weight 157,800 (polystyrene conversion)) was used as a lactic-acid system polymer, and slow effect capsule fertilizer was produced by the same approach as an example 3 except setting thickness of a capsule to 50 micrometers on extrusion conditions. The content of each component of the nitrogen of this capsule fertilizer, Lynn, and potash was 13.8%, 10.0%, and 12.4%. This capsule fertilizer is paid into the soil containing 80% of moisture, and the result of having investigated aging of an elution fertilizer component is shown in a table 1.

[0097] [Example 5] Slow effect capsule fertilizer was produced by the same approach as an example 1 except using the lactic-acid system polymer obtained as a lactic-acid system polymer in the example 2 of reference which carried out the dryblend of the powder of polyvinyl alcohol 10%. The nitrogen of this capsule fertilizer and the content of each component of potash were 23.5% and 24.0%. This capsule fertilizer is paid into the soil containing 80% of moisture, and the result of having investigated aging of an elution fertilizer component is shown in a table 2.

[0098] [Example 6] Slow effect capsule fertilizer was produced by the same approach as an example 1 except using the lactic-acid system polymer obtained [powder / of potassium chloride] 5% in the powder of phosphoric-acid 3 potassium in the example 2 of reference which carried out dryblend 5% as a lactic-acid system polymer. The nitrogen of this capsule fertilizer and the content of each component of potash were 23.0% and 24.5%. This capsule fertilizer is paid into the soil containing 80% of moisture, and the result of having investigated aging of an elution fertilizer component is shown in a table 2.

[0099] [Example 1 of a comparison] Slow effect capsule fertilizer was produced by the same approach as an example 3 except using polyethylene instead of a lactic-acid system polymer. The content of each component of the nitrogen of this capsule fertilizer, Lynn, and potash was 13.7%, 9.8%, and 12.3%. This capsule fertilizer is paid into the soil containing 80% of moisture, and the result of having investigated aging of an elution fertilizer component is shown in a table 3. In addition, this capsule was not biodegraded but half a year of after remained as it is.

[0100] [Example 2 of a comparison] The lactic-acid system polymer obtained in the example 2 of reference was covered with the fluid bed of a vertical mold jet type to the inorganic fertilizer grain with a diameter of 2mm as a 15% solution of a methyl ethyl ketone (MEK). It covered with the drying temperature of 80-100 degrees C in the fluid bed, and the conditions of 0.5 hours so that it might become the lactic-acid system polymer 15 section in the granularity fertilizer 85 section which consists of the potassium chloride 26 section, the ammonium-nitrate 22 section, and the monobasic ammonium-phosphate 52 section.

[0101] The content of each component of the nitrogen of the obtained capsule fertilizer, Lynn, and potash was 14.0%, 133.5%, and 14.0%. This capsule fertilizer is paid into the soil containing 80% of moisture, and the result of having investigated aging of an elution fertilizer component is shown in a table 3.

[0102] [Example 3 of a comparison] The lactic-acid system polymer and fertilizer which were obtained in the example 3 of reference were kneaded by the kneader so that it might become the 60 **** 40 section. Kneading temperature was performed at 160 degrees C, and mixing speed was performed in 2kg/[in an hour]. After kneading was taken out with a diameter of about 3mm in the shape of a strand. By the pelletizer, the taken-out strand was made into die length of 4mm at cutting. As a fertilizer, potassium chloride, an ammonium nitrate, and the monobasic ammonium phosphate were used by the ratio of the 26 sections, the 22 sections, and the 52 sections, respectively.

[0103] The content of each component of the nitrogen of the obtained capsule fertilizer, Lynn, and potash was 13.5%, 13.5%, and 14.0%. This capsule fertilizer is paid into the soil containing 80% of moisture, and the result of having investigated aging of an elution fertilizer component is shown in a

table 3.

[0104] [Example 4 of a comparison] The lactic-acid system polymer obtained in the example 3 of reference was extruded at 180 degrees C from the circular die of 6mm of diameters, the shape of a tube with a diameter of 8mm carried out the film, and a granularity fertilizer which becomes this from the urea 54 section and the potassium chloride 48 section was poured in. It extended cooling this in 25-degree C air, and was eventually made the tube of 6mm of diameters, and thermal melting arrival was carried out with the 180-degree C hot platen for every die length of 10mm, and the welding section was cut, it cooled in still colder air, and capsule fertilizer was produced. The thickness of a capsule was 30 micrometers.

[0105] The content of each component of the nitrogen of the obtained capsule fertilizer, a phosphoric acid, and potash was 25.0% and 24.0%. This capsule fertilizer is paid into the soil containing 80% of moisture, and the result of having investigated aging of an elution fertilizer component is shown in a table 3. In addition, Ayr got down from abundant close to the obtained capsule, and bleedoff of a relief and fertilizer was inadequate.

[0106]

[A table 1]

		肥効成分溶出率 (%)					
時間 (週)		0	2	4	8	12	20
実施例 1	窒 素	0	1 3	3 7	8 7	9 5	9 8
	リ ン	0	0	0	0	0	0
	カ リ	0	1 2	3 6	8 6	9 3	9 7
実施例 2	窒 素	0	2 0	4 8	9 1	9 7	9 9
	リ ン	0	1 9	4 7	9 0	9 5	9 8
	カ リ	0	1 9	4 6	9 0	9 7	9 9
実施例 3	窒 素	0	1 0	2 8	6 9	8 7	9 2
	リ ン	0	1 1	2 7	6 7	8 8	9 3
	カ リ	0	9	3 0	6 9	8 6	9 1
実施例 4	窒 素	0	0	1 5	6 0	8 8	9 5
	リ ン	0	1	1 6	5 8	8 9	9 4
	カ リ	0	0	1 4	5 9	9 0	9 5

[0107]

[A table 2]

		肥効成分溶出率 (%)					
時間(週)		0	2	4	8	12	20
実施例 5	窒 素	0	16	46	90	96	98
	リ ン	0	0	0	0	0	0
	カ リ	0	15	45	89	94	98
実施例 6	窒 素	0	17	48	92	97	99
	リ ン	0	0	0	0	0	0
	カ リ	0	16	47	90	95	99

[0108]

[A table 3]

		肥効成分溶出率 (%)					
時間(週)		0	2	4	8	12	20
比較例 1	窒 素	0	0	0	0	0	0
	リ ン	0	0	0	0	0	0
	カ リ	0	0	0	0	0	0
比較例 2	窒 素	0	85	98	100	100	100
	リ ン	0	83	97	100	100	100
	カ リ	0	80	98	100	100	100
比較例 3	窒 素	0	98	100	100	100	100
	リ ン	0	96	100	100	100	100
	カ リ	0	97	100	100	100	100
比較例 4	窒 素	0	0	2	4	7	7
	リ ン	0	0	0	0	0	0
	カ リ	0	0	1	2	6	6

[0109]

[Effect of the Invention] This invention is easy to fabricate and control of the burst size of fertilizer and a bleedoff period is possible for it. Can fertilize at once, moreover fertilizer covering material disassembles sufficient quantity of fertilizer, and it does not remain in an environment. There is no sprout / growth inhibition by the covering material, and when a lactic-acid system polymer is used as a polymer, an outstanding biodegradability slow effect capsule fertilizer which can also control propagation of saprophytic bacteria, and its manufacturing method can be offered according to an operation of the produced organic acid.

[Translation done.]